

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
MESTRADO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

JOHN WINSTON ABITIBOL MENEZES

ANÁLISE QUANTITATIVA DA FASE FERRÍTICA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
UNS S31803 NA CONDIÇÃO SOLDADA

FORTALEZA
2005

JOHN WINSTON ABITIBOL MENEZES

ANÁLISE QUANTITATIVA DA FASE FERRÍTICA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
UNS S31803 NA CONDIÇÃO SOLDADA

Dissertação submetida à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a obtenção do grau Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu. Co-orientador: Prof. Dr. Hélio Cordeiro de Miranda.

FORTALEZA
2005

JOHN WINSTON ABITIBOL MENEZES

ANÁLISE QUANTITATIVA DA FASE FERRÍTICA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
UNS S31803 NA CONDIÇÃO SOLDADA

Dissertação submetida à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a obtenção do grau Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Aprovada em ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu
Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Hélio Cordeiro de Miranda
Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Manoel Ribeiro da Silva
Universidade Federal de Itajubá – EFEI

AGRADECIMENTOS

A Deus;

A única e verdadeira Igreja fundada por Cristo – Igreja Católica – na qual fui educado na fé.

Aos meus pais, por sempre se esforçarem em prol de minha educação;

A minha namorada Alessandra Melo por compreender as várias horas dispensadas em prol da realização do trabalho;

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu por me conceder a honra de ser seu orientado na realização deste trabalho;

Ao Prof. Dr. Hélio Cordeiro de Miranda, por sua competência no direcionamento do trabalho, principalmente na parte referente à soldagem;

Aos Professores Lindberg Gonçalves e Germano Alcides por sempre conduzirem com competência exemplar o Mestrado de Engenharia de Ciência de Materiais;

Ao Prof. Dr. Manoel Ribeiro da UNIFEI pela realização das medidas magnéticas;

Ao Prof. Dr. Sérgio SoutoTavares da UFF por sua valiosa ajuda na realização das medidas magnéticas;

Ao Prof. Dr. Pedro Lima Neto pela disponibilização dos equipamentos pertencentes a laboratório de eletroquímica;

Ao Engenheiro e estudante de mestrado Evaristo Uchoa Reis pela completa dedicação na realização da parte experimental do trabalho;

Ao Engenheiro e estudante de mestrado Cleiton Carvalho por sempre se mostrar disposto e disponível a ajudar, principalmente na execução da soldagem de todos os corpos de prova;

Ao Engenheiro e Mestre Macelo Pinheiro Mendes pela valiosa ajuda na realização das medidas de difração de raios X;

Ao estudante de engenharia mecânica Henrique Rodrigues por também contribuir na realização da parte experimental;

Ao Engenheiro Alysson Andrade Amorim, a Engenheira Cristiana dos Santos Nunes e ao Engenheiro e Mestre Jean Jefferson Moraes da Silva pela verdadeira amizade de longa data;

Aos colegas de turma de mestrado Engenheiros Alysson, Eduardo (Mestre), Gerardo, Jean (Mestre), Josenaldo, Rodrigo (Mestre), Rômulo e Paulo, além da Engenheira Núbia (Mestre) pelo companheirismo durante o curso.

Aos amigos do LACAM, Engenheiros e Mestres Flávio Herculano e Francisco Nélio e ao estudante de Engenharia Yarly Queiroz.

Aos demais colegas do LACAM;

Aos colegas do laboratório de eletroquímica por sempre se mostrarem solidários na realização dos ensaios de PERC;

Agradecimento especial à Agência Nacional do Petróleo (ANP) que por intermédio do PRH-31 concedeu o suporte financeiro para a realização deste trabalho;

Enfim, a todos que participaram direta ou indiretamente da realização deste trabalho.

RESUMO

Em geral, os requisitos essenciais exigidos para uma liga metálica utilizada em atividades ligadas à indústria petroquímica são resistência mecânica, tendo em vista os diversos esforços aos quais os materiais serão submetidos, e resistência à corrosão, devido a severidade ambiental ao qual os materiais serão expostos. O aço inoxidável duplex (AID) vem conquistando cada vez mais espaço no setor petroquímico justamente por possuir tais requisitos citados acima. Atribuem-se suas altas resistências à corrosão e mecânica à sua microestrutura balanceada em aproximadamente 50% de ferrita e 50% de austenita. O presente trabalho estudou a influência de diversas condições de soldagem sobre o balanço de fases de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Para tanto quatro técnicas de quantificações foram utilizadas para medir a fração volumétrica de ferrita para as diversas condições empregadas. Além disso, uma propriedade mecânica (dureza) e uma propriedade de resistência à corrosão (corrosão intergranular) foram avaliadas em função da energia de soldagem empregada. Por fim, um estudo qualitativo acerca da precipitação de compostos intermetálicos oriundos da soldagem foi realizado. Os resultados mostraram que o efeito da energia de soldagem sobre a fração volumétrica de ferrita foi bem marcante no metal de solda, porém para a zona afetada pelo calor (ZAC) e o metal de base este efeito não foi tão pronunciado. Ainda em relação à fração volumétrica de ferrita, foi constatado que esta é mais afetado pela largura do corpo de prova que pelo meio de resfriamento pós-soldagem. Em geral, tanto a dureza como a resistência à corrosão intergranular não sofreram influência quando as diversas condições de soldagem foram comparadas. Por fim, apesar de ter ocorrido a precipitação de compostos intermetálicos, constatou-se que esta foi de pequena intensidade.

ABSTRACT

The main properties for a metallic alloy to be selected for application in the petrochemical industry are mechanical strength and corrosion resistance due to elevated and complex loads to which parts are submitted and the aggressive environment to which it will be exposed. The duplex stainless steel (DSS) is becoming popular in the petroleum industry because it fulfills the assigned requirements. Its superior properties are attributed to its microstructure that combines 50% ferrite and 50% austenite. In the present work, the influence of several welding parameters on the phase composition of a UNS 31803 DSS was studied. The ferrite volume fraction for each condition was evaluated by optical microscopy, x-ray diffraction, electron backscatter diffraction and magnetic measurements. Furthermore, microhardness measurements and double loop electrochemical potentiokinetic reactivation (DL-EPR) technique were employed to investigate mechanical strength and intergranular corrosion resistance, respectively. Precipitated phases were identified by x-ray diffraction and scanning electron microscopy. The results obtained indicate that the heat input during welding had an important effect on the microstructure of the weld, but this effect was less pronounced for the heat affected zone (HAZ) and base metal. The variation of sample width had a more effective contribution for the ferrite volume fraction than the variation post-weld cooling velocity. Microhardness values and DL-EPR measurements were not affected by welding parameters. Phase precipitation for all conditions occurred in very few amounts.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni contendo 70% de Fe mostrando as microestruturas de um AID ao longo do seu resfriamento.	6
FIGURA 2 - Limites de escoamento para aços com diferentes percentuais de ferrita/austenita.	9
FIGURA 3 - Temperatura crítica de pite (CPT) e a temperatura crítica para corrosão em frestas (CCT) para alguns AID e austeníticos.	10
FIGURA 4 - Efeito do Ni sobre a seção transversal do diagrama pseudobinário 65%Fe-Cr-Ni.	15
FIGURA 5 - Diagrama esquemático relacionando as cinco regiões de uma junta soldada de AID ao diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni.	16
FIGURA 6 - Algumas morfologias do sistema de classificação morfológica proposto por Dubé apud Aaronson. (a) Alotrimórfica (b) Placas laterais de Widmanstätten. .	18
FIGURA 7 - Ciclo térmico genérico de um ponto localizado na ZACTE.	20
FIGURA 8 - Diagrama TTP para dois AID (Aço 1 e Aço 2) distintos.	22
FIGURA 9 - Diagrama TTT de precipitação de fase σ no AID UNS S31803.	24
FIGURA 10 - Curva TTT indicando a influência dos elementos de liga sobre a precipitação de compostos intermetálicos em AID.	Erro! Indicador não definido.
FIGURA 12 - Macrografia indicando as impressões do teste de microdureza da amostra 4BIII.	33
FIGURA 13 - Arranjo experimental para a execução do teste de corrosão intergranular.	34
FIGURA 14 - Desenho mostrando as regiões de usinagem para as medidas de raios X.	36
FIGURA 15 - Micrografias do aço inoxidável duplex UNS S 31803 no estado como-recebido. a) DL b) transversal à DL e c) normal à DL. Ataque Behara modificado. 200X.	38
FIGURA 16 - Difratoograma do aço inoxidável duplex UNS S 31803 no estado como-recebido.	39
FIGURA 17 - Imagens exemplificando o processo de quantificação por análise de imagens. Em (a) micrografia de input obtida com ataque Behara modificado (em escala cinza) e em (b) imagens gerada pelo software de análise de imagens Image Pro-Plus.	43
FIGURA 18 - Gráfico variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem. Em (a) referente ao metal de base, em (b) referente à ZAC e em (c) referente ao metal de solda.	46
FIGURA 19 - Micrografias mostrando que o crescimento de grãos ferríticos da ZACTE foi muito mais intenso para (a) amostras soldadas com energia de 9 kJ/cm que (b) as soldadas com energia 18 kJ/cm.	46
FIGURA 20 - Gráfico da quantidade de ferrita para as condições (a) 5 e 6 e (b) 9 e 10.	48
FIGURA 21 - Gráfico da quantidade de ferrita em função do meio de resfriamento.	49
FIGURA 22 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da posição da amostra ao longo do cordão de solda.	49
FIGURA 23 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 2BIII. Em (a) obtenção dos picos pelo software Profit e ampliação mostrando cinco picos ao redor de 90°, em (b) difratograma da medida após o refinamento e ampliação mostrando apenas o pico de austenita em 90,2° gerado após o ajuste.	51
FIGURA 24 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 1BV.	53
FIGURA 25 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 2BIII.	54
FIGURA 26 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 3BI.	54
FIGURA 27 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 4BV.	55

FIGURA 28 - Difratograma da medida feita no metal de solda da amostra 5BII.	55
FIGURA 29 - Gráfico da variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS das amostras 1BV, 2BIII, 3BI, 4BV e 5BII obtidos por difração de raios X.....	56
FIGURA 30 - Gráfico da variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para as amostras 1BII, 2BII, 3BII, 4BII e 5BII obtidos por medidas magnéticas.	57
FIGURA 31 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS e ZAC das amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII obtidos por EBSD. Erro! Indicador não definido.	
FIGURA 32 - Áreas nas quais foram procedidas as quantificações da ZAC da amostra 5BIII. Em (a) Micrografia tendo como referência a ZACTE e em (b) o mapa de fases obtido após a varredura por EBSD.	60
FIGURA 33 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS usando as quatro técnicas de quantificação.	61
FIGURA 34 - Gráfico da média das durezas em função da energia de soldagem. Em (a) para uma linha vertical e em (b) para uma linha horizontal.	63
FIGURA 35 - Gráfico da dureza em função da posição da amostra ao longo do comprimento do cordão de solda. Em (a) para uma linha vertical e em (b) para uma linha horizontal.	64
FIGURA 36 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 1BI, em (b) amostra 1BIII e em (c) amostra 1BV.	65
FIGURA 37 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 2BI, em (b) amostra 2BIII e em (c) amostra 2BV.	66
FIGURA 38 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 3BI, em (b) amostra 3BIII e em (c) amostra 3BV.	66
FIGURA 39 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 4BI, em (b) amostra 4BIII e em (c) amostra 4BV.	67
FIGURA 40 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 5BI, em (b) amostra 5BIII e em (c) amostra 5BV.	68
FIGURA 41 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 1BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.	70
FIGURA 42 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 2BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.	71
FIGURA 43 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 3BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.	71
FIGURA 44 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 4BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.	72
FIGURA 45 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 5BIV. Em (a) 1º ponto, em (b) 2º ponto e em (c) 3º ponto.	73
FIGURA 46 - Micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando a precipitação de nitretos de cromo no interior do grão ferrítico do MS da amostra 2BI. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.	77
FIGURA 47 - Em (a) micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando uma notória precipitação no MS da amostra 2BI e em (b) EDS mostrando a alta concentração de molibdênio no contorno de grão ferrítico. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.	77
FIGURA 48 - Micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando a precipitação de carbonetos no contorno de grão ferrítico na zona de ligação da amostra 5BIV. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.	78

FIGURA 49 - Difratograma da medida feita na ZAC da amostra 1BV.	91
FIGURA 50 - Difratograma da medida feita na ZAC da amostra 2BIII.	91
FIGURA 51 - Difratograma da medida feita na ZAC da amostra 3BI.	92
FIGURA 52 - Difratograma da medida feita na ZAC da amostra 4BV.	92
FIGURA 53 - Difratograma da medida feita na ZAC da amostra 5BII.	93
FIGURA 54 - EBSD da ZAC da amostra 1BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.	94
FIGURA 55 - EBSD da ZAC da amostra 2BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.	95
FIGURA 56 - EBSD da ZAC da amostra 3BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.	96
FIGURA 57 - EBSD da ZAC da amostra 4BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.	97
FIGURA 58 - EBSD da ZAC da amostra 5BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.	98
FIGURA 59 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 1BI, em (b) amostra 1BIII e em (c) amostra 1BV.	99
FIGURA 60 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 2BI, em (b) amostra 2BIII e em (c) amostra 2BV.	100
FIGURA 61 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 3BI, em (b) amostra 3BIII e em (c) amostra 3BV.	101
FIGURA 62 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 4BI, em (b) amostra 4BIII e em (c) amostra 4BV.	101
FIGURA 63 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 5BI, em (b) amostra 5BIII e em (c) amostra 5BV.	102

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex.	4
TABELA 2 - Propriedades mecânicas de alguns AID segundo a norma ASTM A790.	8
TABELA 3 - Comparação entre valores típicos das propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis.	8
TABELA 4 - Valores médios para o coeficiente de expansão térmica em função da temperatura para diversos tipos de aços inoxidáveis.	11
TABELA 5 - Valores típicos da condutividade térmica a temperatura ambiente vários tipos de aços inoxidáveis.	11
TABELA 6 - Aplicações típicas para os AID.	12
TABELA 7 - Composição química do AID UNS S31803 e do eletrodo revestido AWS 2209.	27
TABELA 8 - Condições de soldagem realizadas no trabalho.	28
TABELA 9 - Fração volumétrica de ferrita do material como-recebido obtida por MO.	37
TABELA 10 - Fração volumétrica de ferrita do material como-recebido obtida por MO, difração de raios X e EBSD.	38
TABELA 11 - Agrupamento considerando a influência da energia de soldagem.	41
TABELA 12 - Agrupamento considerando a influência do meio de resfriamento.	41
TABELA 13 - Comparação entre os MS das mesmas amostras submetidas à quantificação por raios X e MO.	53
TABELA 14 - Comparação entre as ZACs das mesmas amostras submetidas à quantificação por raios X e MO.	53
TABELA 15 - Equivalência de resultados entre as técnicas de MO e EBSD para as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII.	59
TABELA 16 - Correspondência de picos referente às medidas feitas no MS das amostras.	74

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- AID - Aço Inoxidável duplex;
- AISD - Aço Inoxidável Superduplex;
- AISI – American Iron and Steel Institute;
- ASTM – American Society for Testing and Materials;
- CCT – Critical Crevice Temperature;
- CPT – Critical Pitting Temperature;
- CST – Corrosão Sob Tensão;
- dc – direct current (corrente contínua);
- EBW – Electron Beam Welding;
- EDS – Energy Dispersive Spectroscopy;
- ENGESOLDA - Laboratório de Engenharia de Soldagem da UFC;
- GTAW – Gas Tungsten Arc Welding;
- HRC – Hardness Rockwell C;
- HV – Hardness Vickers;
- LACAM – Laboratório de Caracterização de Materiais da UFC;
- LBW – Laser Beam Welding;
- MB – Metal de base;
- MS – Metal de solda;
- PERC – Polarização Eletroquímica de Reativação Potenciocinética;
- PRE - Pitting Resistance Equivalent;
- TTP – tempo-temperatura-precipitação;
- TTT – tempo-temperatura-transformação;
- ZAC – Zona afetada pelo calor.
- ZACTB – Zona afetada pelo calor de temperatura baixa;
- ZACTE – Zona afetada pelo calor de temperatura elevada.
- α – Ferrita;
- γ – Austenita;
- γ_2 – Austenita secundária;
- σ – Fase sigma;
- η – Fase Laves;
- χ – Fase Chi.

SUMÁRIO

RESUMO.....	i
ABSTRACT.....	ii
LISTA DE FIGURAS.....	iii
LISTA DE TABELAS.....	vi
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	vii
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	3
2.1 Aço inoxidável duplex.....	3
2.1.1 Microestrutura.....	5
2.1.2 Propriedades mecânicas.....	7
2.1.3 Resistência à corrosão.....	9
2.1.4 Propriedades físicas.....	10
2.1.5 Aplicações.....	11
2.2 Soldagem dos aços inoxidáveis duplex.....	12
2.2.1 Processos de soldagem.....	12
2.2.2 Pré-aquecimento.....	13
2.2.3 Tratamento térmico pós-soldagem.....	13
2.2.4 Metal de adição.....	13
2.2.5 Gases de proteção.....	15
2.3 Microestrutura da junta soldada.....	15
2.3.1 Microestrutura da zona fundida.....	17
2.3.2 Microestrutura da ZAC.....	18
2.4 Energia de soldagem.....	20
2.5 Precipitação de fases durante a soldagem dos aços inoxidáveis duplex.....	21
2.5.1 Nitretos de cromo (Cr_2N).....	22
2.5.2 Fase σ	23
2.5.3 Carbonetos de cromo (M_7C_3 e $M_{23}C_6$).....	24
2.6 Influência dos elementos de liga sobre a precipitação.....	25
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	27
3.1 Material.....	27
3.2 Métodos experimentais.....	27
3.2.1 Caracterização do material como-recebido.....	27
3.2.2 Soldagem do material.....	28
3.2.3 Preparação das amostras.....	29
3.2.4 Caracterização e análise dos corpos de prova soldados.....	29
3.2.5 Microdureza.....	32
3.2.6 Testes de corrosão.....	33
3.2.7 Análise qualitativa da precipitação.....	35
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
4.1 Caracterização do material como recebido.....	37
4.2 Material soldado.....	39
4.3 Quantificação de Fases.....	39
4.3.1 Considerações acerca da quantificação de Fases.....	39
4.3.2 Via microscopia ótica.....	41
4.3.3 Via Difração de raios X.....	50
4.3.4 Via análise magnética.....	56
4.3.5 Via EBSD.....	57
4.4 Teste de Microdureza.....	61

4.5 Teste de corrosão intergranular	68
4.6 Análise qualitativa da precipitação	73
5 CONCLUSÕES	79
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	81
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	82
APÊNDICE A - Difratoograma das medidas feitas na ZAC das amostras.	91
APÊNDICE B - Medidas de EBSD feitas na ZAC das amostras.	94
APÊNDICE C - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda.	99

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável duplex (AID) é uma liga que, por conseguir aliar tanto boas propriedades mecânicas quanto excelente propriedades de resistência à corrosão, vem a cada dia despertando maior interesse industrial. Esses atrativos o fazem bastante empregado nos mais diversos setores industriais como indústria de papel e celulose, de energia nuclear, de processamento, de petróleo e gás entre outras.

Como foi visto anteriormente, o AID, devido a sua ótima combinação entre propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, é considerado um material de alto desempenho, tornando-se um candidato natural a aplicações petrolíferas. Para reforçar esta colocação, sabe-se, a partir de um caso real ocorrido em uma unidade de refino do Ceará, que a substituição de um aço inoxidável austenítico, usado na tubulação de um trocador de calor de uma unidade de produção de hidrogênio, por um AID pode trazer benefícios econômicos da ordem de 33 mil dólares, somente com substituição de material. O fato é que os tradicionais austeníticos empregados na referida unidade de produção de hidrogênio deveriam, a cada cinco meses em média, ser trocados, tamanha a severidade das condições de operação. O uso de um AID UNS S31803, em substituição ao tradicional austenítico (316L), na a mesma aplicação, conseguiu aparentemente, ao final de aproximadamente dois anos, manter o mesmo desempenho, gerando uma economia considerável. Este caso em especial, despertou o interesse na realização de uma pesquisa tendo o AID como objeto.

Diante desta realidade, sua larga aplicação em diversos setores industriais exige constantemente que este material seja submetido a algum processo de soldagem. No entanto, a soldagem de um material de alta liga, como o AID, exige muita atenção, pois um procedimento de soldagem mal elaborado, pode fazer com que todos os atrativos inerentes a este material diminuam drasticamente, tornando-o incapaz de atuar sob as condições de operação as quais ele deverá ser submetido.

Pensando em estudar os efeitos de processo e metalúrgicos inerentes a uma soldagem feita por eletrodo revestido em um AID, o presente trabalho foi desenvolvido em parceria entre os laboratórios LACAM e ENGESOLDA. Para tanto, estudos quantitativos da fração volumétrica da ferrita serão realizados utilizando quatro ferramentas bem consolidadas no meio científico. Esta etapa visará avaliar a variação do balanço entre fases que compõe a microestrutura do AID, pois este balanço exerce importância fundamental sobre o desempenho deste material. Este trabalho também contemplará os resultados do estudo feito sobre uma propriedade mecânica (dureza) e uma propriedade de resistência à corrosão

(corrosão intergranular). Para finalizar, será feito um estudo metalúrgico de caráter qualitativo acerca da precipitação de compostos intermetálicos, oriundo da soldagem. Esta etapa do trabalho assume grande importância, tendo em vista que a presença destes precipitados na microestrutura de um AID pode trazer consequências extremamente danosas ao material.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Aço inoxidável duplex

O aço inoxidável duplex (AID) caracteriza-se por ser uma liga bifásica, tendo como fases majoritárias ferrita e austenita. Tal microestrutura é alcançada graças à composição química da liga e processamento termo-mecânico os quais este material é submetido durante sua fabricação. Portanto, na condição bruta de fabricação, o aço inoxidável duplex é composto por ferrita e austenita em proporções aproximadamente iguais.¹ A TABELA 1 apresenta a composição química típica de vários tipos de AID na sua condição bruta de fabricação.

Aprofundando-se um pouco mais no processo de fabricação de um AID laminado podemos entender sua microestrutura bifásica. Basicamente, temos: uma laminação a quente do produto, realizada no campo bifásico austenítico-ferrítico, na faixa de temperatura compreendida entre 1000 e 1200°C. Em seguida, um tratamento de solubilização na faixa de temperatura compreendida entre 1050 e 1150°C seguido de um rápido resfriamento até a temperatura ambiente.^{2,3,4}

A composição química dos AID pode variar consideravelmente. Os principais elementos de liga são: carbono (variando entre 0,02 e 0,1%), cromo (variando entre 19 e 28 %), níquel (variando entre 3 a 8%), molibdênio (variando entre 1,5 a 4,5%) e nitrogênio (inferior a 0,3%), podendo ter ainda, outros elementos como cobre, titânio, tungstênio, nióbio. Todas as percentagens citadas acima se referem ao peso.⁵

O resultado do processamento citado anteriormente, aliado a uma composição química controlada é uma microestrutura composta por lamelas alternadas de ferrita e austenita com menos de 10µm de espessura (para o 2205 na condição solubulizada).⁶ Essa microestrutura dá ao AID uma ótima combinação de resistência mecânica e resistência à corrosão,^{7, 8} fazendo dele um material apropriado ao uso em vários tipos de indústrias, particularmente, indústria de óleo e gás, petroquímica, de papel e de controle de poluição.¹

TABELA 1 - Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex.¹

Classificação UNS	C	Mn	S	P	Si	Cr	Ni	Mo	N ₂	Outros
S31200	0,03	2,00	0,03	0,045	1,00	24,0-26,0	5,5-6,5	1,2-2,0	0,14-0,20	-
S31260	0,03	1,00	0,03	0,030	0,75	24,0-26,0	5,5-7,5	2,5-3,5	0,10-0,30	0,10-0,50W/0,20-0,80Cu
S31500	0,03	1,2-2,0	0,03	0,03	1,4-2,0	18,0-19,0	4,25-5,25	2,5-3,0	0,05-0,10	-
S31803	0,03	2,00	0,02	0,03	1,00	21,0-23,0	4,5-6,5	2,5-3,5	0,08-0,20	-
S32304	0,03	2,5	0,04	0,04	1,0	21,5-24,5	3,0-5,5	0,05-0,60	0,05-0,20	0,05-0,60Cu
S32550	0,03	1,5	0,03	0,04	1,0	24,0-27,0	4,5-6,5	2,9-3,9	0,10-0,25	1,5-2,5Cu
S32750	0,03	1,2	0,02	0,035	1,0	24,0-26,0	6,0-8,0	3,0-5,0	0,24-0,32	0,5Cu
S32760	0,03	1,0	0,01	0,03	1,0	24,0-26,0	6,0-8,0	3,0-4,0	0,30	0,5-1,0Cu/0,5-1,0W
S32900	0,06	1,00	0,03	0,04	0,75	23,0-28,0	2,5-5,0	1,0-2,0	D	-
S32950	0,03	2,00	0,01	0,035	0,60	26,0-29,0	3,5-5,2	1,0-2,5	0,15-2,5	-

As classes comerciais de AID podem ser divididas em quatro grupos distintos listados em ordem crescente de resistência à corrosão, tendo como base o PRE (Pitting Resistance Equivalent). O PRE é um índice que expressa a capacidade da liga resistir à corrosão por pites.^{1,9} A classificação é a seguinte:

- Fe-23Cr-4Ni-0,1N: São AID de baixo custo e livres de Mo. É uma alternativa para os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316. Possuem PRE^(*) igual a 24.
- Fe-22Cr-5,5Ni-3Mo-0,15N: Resistência à corrosão intermediária entre os AISI 316 e os superausteníticos do tipo 6%Mo + N. PRE variando entre 33 e 35.
- Fe-25Cr-5Ni-2,5Mo-0,17N-Cu: Também pode ter algumas adições de W. PRE na faixa de 30 a 39.
- Fe-25Cr-7Ni-3,5Mo-0,25N-W-Cu: Por possuírem PRE igual ou superior a 40 são chamados de superduplex (AISD).

As ligas citadas acima também são conhecidas comercialmente pelo seu teor de cromo e níquel, sendo assim, estas também são conhecidas por 2304 (Fe-23Cr-4Ni-0,1N), 2205 (Fe-22Cr-5,5Ni-3Mo-0,15N), 2505 (Fe-25Cr-5Ni-2,5Mo-0,17N-Cu) e 2507 (Fe-25Cr-7Ni-3,5Mo-0,25N-W-Cu).

Em relação às propriedades mecânicas, os AID apresentam como principais características sua alta tensão de escoamento, que no caso do UNS S31803, chega a ser o dobro da exibida pelos inoxidáveis austeníticos, além de ser significativamente maior que a exibida pelos ferríticos.¹ A dureza, em média, alcança 260 HV ou 25 HRC no caso do UNS S31803, valendo ressaltar que o processamento aliado à extensão de trabalho a frio pode fazer a dureza variar consideravelmente.¹⁰ A tenacidade para temperaturas inferiores a -100°C é considerada boa, estando o material na condição não soldada. Uma desvantagem desses aços é sua propensão à fragilização devido à precipitação de compostos intermetálicos como fase sigma (σ), fase chi (χ), fase Laves (η), nitreto e carbonetos de cromo entre outras. A presença desses compostos leva a perda de propriedades mecânicas, particularmente tenacidade.³ Tentando evitar tal precipitação, é recomendável, além de evitar a exposição prolongada, limitar a temperatura superior de aplicação em 280°C, para materiais (AID) não soldados, e em 250°C para materiais soldados.¹¹

No quesito resistência à corrosão, o AID encontra seu ponto forte. Com destaque especial para resistência à corrosão sob tensão em ambientes contendo cloretos e sulfetos, por pites e generalizada.¹² Contudo, devemos ressaltar que o seu desempenho em relação à resistência à corrosão pode ser prejudicada em virtude da precipitação dos compostos intermetálicos citados anteriormente.

2.1.1 Microestrutura

A microestrutura típica de um AID produzido por laminação é constituída por proporções aproximadamente iguais de ferrita e austenita dispostos em forma de lamelas alternadas.

Através de um diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni, semelhante ao mostrado na FIGURA 1, podemos entender a microestrutura bifásica dos aços inoxidáveis duplex. Nota-se que a solidificação do material é completamente ferrítica, e à medida que o resfriamento segue, a matriz ferrítica, paulatinamente, transforma-se em grãos austeníticos que nucleiam e crescem, primeiramente, nos contornos de grão ferríticos e, depois ao longo de direções cristalográficas preferenciais dentro da ferrita.¹ Estes eventos que ocorrem em temperaturas elevadas (entre 1200 e 650°C) são governados por difusão. Vale a pena ressaltar que a fração volumétrica de austenita na microestrutura dependerá da velocidade com que o resfriamento se procede. A velocidade de resfriamento também terá influência sobre a precipitação de fases intermetálicas.

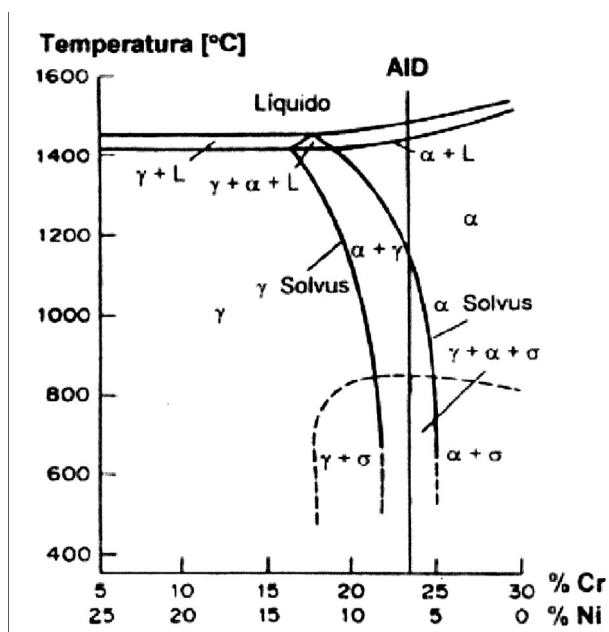


FIGURA 1 - Diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni contendo 70% de Fe mostrando as microestruturas de um AID ao longo do seu resfriamento.¹³

A obtenção de uma microestrutura lamelar e balanceada entre ferrita e austenita dependerá tanto da composição química da liga, como do processamento termo-mecânico sofrido pela mesma. Sendo assim, a seqüência seguida para se conseguir a microestrutura adequada a um AID laminado compreende uma laminação feita no campo bifásico ($\alpha+\gamma$), um tratamento de solubilização que varia na faixa de temperatura de 1050 a 1150°C, por aproximadamente 30 minutos e um resfriamento rápido até a temperatura ambiente. Considerando que a composição química da liga foi previamente ajustada, inclusive pelo incremento de elementos estabilizadores da austenita, teremos uma microestrutura bifásica, em que a fração volumétrica de ferrita variará entre 40 e 45%.

Dentre os inúmeros elementos de liga presentes nos AID, podemos destacar o N, não só por ter influência na microestrutura, como também por atuar nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos AID. Sabendo-se que o N é um elemento fortemente austenitizante, é normal esperar que a quantidade de austenita na microestrutura tenda a aumentar à medida que se aumenta a concentração deste elemento. Esse fato é ainda mais marcante em estruturas soldadas. Liou et al (2002),¹⁴ no estudo da influência do N na microestrutura de ZACs simuladas de AID 2205, constataram que um aumento na concentração de N aliado uma baixa taxa de resfriamento aumentaram a quantidade de austenita na ZAC para valores próximos ao de uma microestrutura solubilizada. No mesmo trabalho, foi constatado que o aumento na fração volumétrica da austenita, ocorrido devido uma maior concentração de N e/ou um resfriamento lento das ZACs simuladas, suprimiu a

precipitação de nitretos de cromo (Cr_2N) dentro dos grãos ferríticos das ZACs estudadas. Esta supressão de Cr_2N pode ser explicada pelo fato da partição do N ter preferência pela austenita, ou seja, uma maior quantidade de austenita tende a evitar a supersaturação de N na ferrita, inibindo assim, a precipitação deste elemento na forma de nitretos. Uma outra característica do N é aumentar a resistência à corrosão por pites no AID, ¹⁵ já que este, em níveis não tão altos, inibe a formação de nitretos de cromo que, por sua vez, atuam como pontos de iniciação dos pites. Não podemos esquecer que o N faz parte do nitreto, assim sendo, em altas concentrações, em vez de suprimir a precipitação, ele pode facilitá-la. ⁴

2.1.2 Propriedades mecânicas

O AID também encontra destaque em suas propriedades mecânicas. Sua tensão de escoamento é alta, chegando a ser o dobro do valor de alguns inoxidáveis austeníticos. Em relação à tenacidade, esta pode ser comparável à dos austeníticos.

A TABELA 2 mostra as principais propriedades mecânicas de várias classes de AID segundo a norma ASTM A790.

Para efeito de comparação, a TABELA 3 mostra os valores típicos das principais propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis duplex, ferríticos e austeníticos. Pode ser notado pela análise da TABELA 3 que o AID tenta buscar um meio termo entre as propriedades mecânicas dos ferríticos e austeníticos.

As boas propriedades mecânicas do AID devem-se a sua microestrutura balanceada e ausência de compostos intermetálicos. A FIGURA 2 ilustra a influência da microestrutura do AID sobre o comportamento do limite de escoamento em função da proporção ferrita/austenita. Nota-se que os melhores resultados ocorrem quando a fração volumétrica de cada fase é 50%. No entanto, por ser um material com alto teor de elementos de liga, os AID são propensos a fragilização. Essa fragilização pode se dá em faixas de temperaturas mais baixas devido à formação de fase α' (fragilização a 475°C) ou em faixas de temperaturas mais altas devido à precipitação de compostos intermetálicos (σ , χ , η , Cr_2N).

TABELA 2 - Propriedades mecânicas de alguns AID segundo a norma ASTM A790.¹

Classificação UNS	Limite de escoamento (σ_Y) [Mpa]	Limite de resistência à tração (σ_T) [Mpa]	Alongamento [%]	Dureza [HB]
S31200	450	690	25	280
S31500	440	630	30	290
S31803	450	620	25	290
S32304	400	600	25	290
S32550	550	760	15	297
S32750	550	800	15	310
S32760 ^(*)	550	750	25	200-270
S32900	485	620	20	271
S32950	480	690	20	290

(*) Não listado na norma ASTM A790.

TABELA 3 - Comparação entre valores típicos das propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis.⁴

Tipo	Classificação UNS	Limite de escoamento (σ_Y) [MPa]	Limite de resistência à tração (σ_T) [MPa]	Alongamento [%]	Energia absorvida no ensaio Charpy ^(a) V [J]	Resistência à fadiga ^(b) [MN/m ²]
Austenítico	S30400	210	515-690	45	>300	120±120
Ferrítico	S43000	205	450	20	-	-
Duplex	S32304	400	600-820	25	300	245±245
	S31803	450	680-880	25	250	285±285
	S32750	550	800-1000	25	230	300±300

Notas: (a): Temperatura ambiente

(b): Tração cíclica

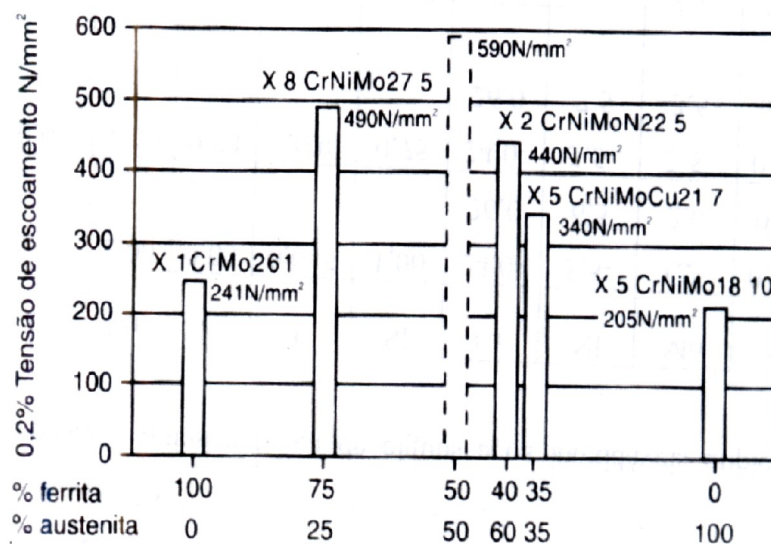


FIGURA 2 - Limites de escoamento para aços com diferentes percentuais de ferrita/austenita.⁵

2.1.3 Resistência à corrosão

Um outro ponto forte do AID é sua excelente resistência à corrosão, principalmente corrosão sob tensão (CST) em ambientes contendo cloretos, por pites, por frestas e, até mesmo, generalizada. Sendo assim, o AID pode ser usado com bom desempenho em ambientes altamente agressivos como: ácido sulfúrico, fosfórico e nítrico.¹⁷ Tentando avaliar o desempenho dos AID quanto à corrosão por pites, Rollo e Rositti (1997 apud Lorenz e Medawar, 1969)¹⁸ apresentaram a seguinte equação empírica:

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3(\% \text{Mo}) + 16(\% \text{N}) \quad \text{Equação 1}$$

Podemos ver pela Equação 1 que o PRE é uma medida relativa da influência do Cr, Mo e N sobre a resistência à corrosão por pites. Segundo Schlapfer e Weber (1986),⁵ para assegurar uma boa resistência à corrosão por pites PRE deve ser maior que 31. Posteriormente, outras duas equações empíricas foram propostas com o mesmo intuito da Equação 1. São elas:

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3(\% \text{Mo}) + 30(\% \text{N}) \quad \text{Equação 2}$$

$$\text{PREW} = \% \text{Cr} + 3,3(\% \text{Mo} + 0,5\% \text{W}) + 16(\% \text{N}) \quad \text{Equação 3}$$

A Equação 2 atribui ao N um peso maior no cálculo do PRE, tendo em vista seu efeito benéfico sobre a resistência à corrosão no AID.¹⁹ Já a Equação 3 pondera o efeito do W, tendo em vista que este tem influência marcante sobre o PRE. As Equações 2 e 3 são mais apropriadas ao uso em AID e AISD (PRE > 40).

Além da composição química dos AID, sua microestrutura e morfologia também têm reflexos sobre a resistência à corrosão por pites. Inclusões e precipitados de compostos intermetálicos atuam como pontos de iniciação de pites. Uma microestrutura rica em austenita do tipo Widmanstätten, por sua vez, inibe a formação de pites.¹⁴

A FIGURA 3 mostra a temperatura crítica de pite (CPT) e a temperatura crítica para corrosão em frestas (CCT) de alguns AID em comparação com alguns austeníticos mais custosos. Podemos perceber a similaridade das temperaturas entre as duas classes de inoxidáveis.

Por serem ligas produzidas com teor de C muito baixo, os AID são bem menos propensos à corrosão intergranular a partir da precipitação de carbonetos de cromo (sensitização) que os inoxidáveis austeníticos. No entanto, eles não estão isentos da corrosão intergranular. Pardo et al (1991),²⁰ estudaram o efeito de vários tratamentos térmicos sobre a

morfologia e distribuição das fases com o intuito de construir um diagrama de sensibilização para o AID.

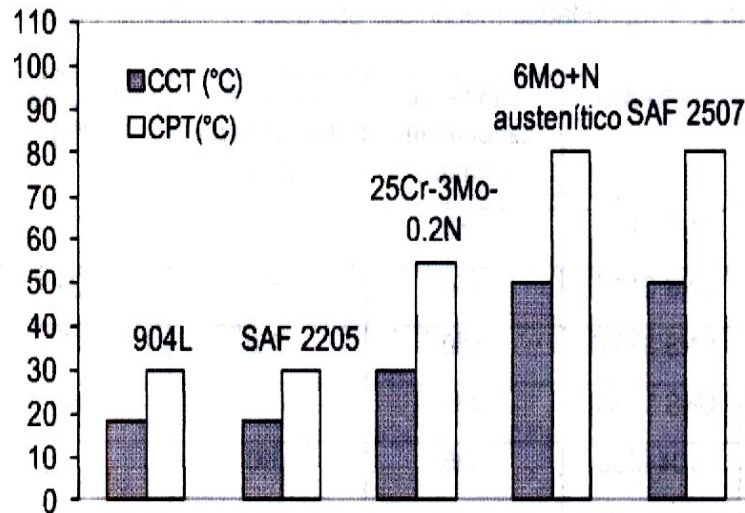


FIGURA 3 - Temperatura crítica de pite (CPT) e a temperatura crítica para corrosão em frestas (CCT) para alguns AID e austeníticos.²¹

2.1.4 Propriedades físicas

Dentre as propriedades físicas mais relevantes para uma implementação adequada dos aços inoxidáveis podemos citar: densidade, módulo de elasticidade, coeficiente de expansão térmica, condutividade térmica e calor específico. Em relação à densidade e módulo de elasticidade, a faixa de variação de valores entre todas as classes de aços inoxidáveis é considerada pequena. Já no tocante à condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica podemos notar valores típicos que caracterizam cada classe de inoxidável. Os aços inoxidáveis austeníticos possuem os maiores valores de coeficiente de expansão térmica, seguidos de perto pelos AID e depois pelos aços inoxidáveis ferríticos. A TABELA 4 apresenta valores típicos médios para o coeficiente de expansão térmica em função da temperatura para diversos tipos de aços inoxidáveis. Se desconsiderarmos os aços inoxidáveis martensíticos dessa discussão, a condutividade térmica é alta para os ferríticos e baixa para os austeníticos, tendo os AID valores intermediários. Na TABELA 5 pode ser visto os valores típicos da condutividade térmica a temperatura ambiente para vários tipos de aços inoxidáveis.

Especificamente para o AID, seu baixo coeficiente de expansão térmica aliado a sua alta condutividade térmica, quando comparado com os dos austeníticos, o tornam apropriados para o uso em trocadores de calor.

TABELA 4 - Valores médios para o coeficiente de expansão térmica em função da temperatura para diversos tipos de aços inoxidáveis.²²

			Coeficiente de expansão térmica ($\mu\text{m}/\text{m} \cdot ^\circ\text{C}$)				
	Tipo	Classificação UNS	20-200°C	20-400°C	20-600°C	20-800°C	20-1000°C
Austenítico	304	S 30400	17	18	19	19,5	20
	316	S 31600	16,5	17,5	18,5	19	19,5
	314	S 31400	15	16	17	18	19
Ferrítico	403	S 40300	11	11,7	-	-	-
	430	S 43000	10,5	11,2	-	-	-
	446	S 44600	10,3	11	11,7	12,4	13,1
Duplex	-	S 31803	13	14	15	-	-

TABELA 5 - Valores típicos da condutividade térmica a temperatura ambiente vários tipos de aços inoxidáveis.²²

	Tipo	Classificação UNS	Condutividade térmica ($\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$)
Austenítico	316	S 31600	14,6
	321	S 32100	14,6
	347	S 34700	14,6
Ferrítico	430	S 43000	20,9
Martensítico	410	S 41000	25,1
	420	S 42000	25,1
Duplex	-	S 31803	16,7

2.1.5 Aplicações

Por conseguir aliar boas características tanto do ponto de vista mecânico, quanto corrosivo, o AID torna-se bastante atraente para vários ramos da indústria. Em particular, para a indústria de petróleo e gás, Fruytier (1991)²³ aponta o AID como um material comumente usado em ambientes aquosos e conteúdo cloretos em alternativa aos austeníticos que sofrem tanto com a corrosão sob tensão (CST), quanto com a corrosão generalizada. Já Wallen e Henrikson (1986)²⁴ afirmam ser os aços inoxidáveis superduplex (AISD) mais resistentes em ambientes com altas concentrações de oxigênio ou cloretos como, água do mar. Harston et al (1986)²⁵ dizem que vários tipos de duplex encontram aplicação no transporte de CO_2 úmido.

Entre outras aplicações dos AID podemos citar: tubulação de trocadores de calor em refinarias, tanques de armazenamento de produtos químicos, separadores gás/óleo, tubulações subterrâneas de produção de petróleo e etc. A TABELA 6 apresenta algumas aplicações típicas para os AID.

TABELA 6 - Aplicações típicas para os AID ¹

Tipos	Aplicações
S 31803, S 32760, S 32750, S 32550	Tubulação para trocadores de calor de calor em refinarias, indústrias de processamento, indústrias químicas e outras indústrias que usam águas como fluido de trabalho.
Todos	Trocadores de calor, tanques químicos, vasos de reatores químicos, sistemas de manipulação de ácidos acético e fosfórico, equipamentos de indústrias de óleo e gás (linhas de fluxo multifásicos, tubulações usadas durante a produção).
S 32304	Aquecedores domésticos de água e onde a resistência à corrosão por pites não é considerada.
S 32750, S 32760, S 32550	Tubos para uso em água do mar e sistemas contra incêndios, separadores gás/óleo, equipamentos de evaporação de salinidade, plantas de dessalinização, implantes em corpo humano.

2.2 Soldagem dos aços inoxidáveis duplex.

A larga utilização dos AID nos meios industriais exige, muitas vezes, a necessidade da aplicação de processos de soldagem. No entanto, a soldagem, senão tomadas algumas precauções, pode levar ao comprometimento das propriedades, tanto mecânicas quanto de resistência à corrosão, do AID. Além disso, todo o planejamento da soldagem deve ser feito de modo a tentar manter o balanço de fases da junta soldada o menos alterado possível e evitar a precipitação de fases indesejadas, como as citadas no Item 2.1. Para tanto, faz-se necessário dá atenção especial à composição química do consumível, as temperaturas atingidas pela junta e os tempos de permanência em tais temperaturas.

2.2.1 Processos de soldagem.

Em relação aos processos de soldagem, praticamente todos os convencionais a arco voltaico podem ser aplicados aos AID. Deve-se fazer exceção aos processos autógenos como a soldagem por feixe de elétrons (EBW) e a laser (LBW) e, até mesmo, a soldagem TIG

(GTAW), quando feita sem metal de adição, pois estas, por proporcionarem velocidades de resfriamentos muito altas tendem a produzir uma junta bastante rica em ferrita e pouco tenaz. Quando a utilização de algum destes processos se faz necessária é comum a realização de tratamentos pós-soldagem ou a utilização de consumíveis enriquecidos em níquel (no caso do processo GTAW)²⁶ com o intuito de se promover uma microestrutura mais balanceada e remover os precipitados indesejados. Em relação aos processos de soldagem realizados no estado sólido, ainda existem poucos estudos a respeito dos mesmos. Porém, a soldagem por explosão aplicada como revestimento em tubos e similares¹⁰ tem conseguido manter as mesmas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do metal de base. Já no caso da soldagem por fricção aplicada aos AID, a resistência à corrosão da zona soldada tem se mostrado significativamente melhor que aquela do mesmo material soldado por algum processo a arco voltaico.²⁷

2.2.2 Pré-aquecimento

Geralmente esta prática não é recomendada para os AID, no entanto, quando o material, além de ter uma seção espessa, tem baixa concentração de nitrogênio, o pré-aquecimento se faz necessário a fim de se evitar uma ZAC altamente ferrítica. Para os AID altamente ligados o pré-aquecimento é totalmente desaconselhado, pois esta prática tende a aumentar a quantidade de compostos intermetálicos precipitados, reduzindo, com isso, a resistência mecânica e à corrosão do material.

2.2.3 Tratamento térmico pós-soldagem.

É recomendado apenas no caso da soldagem autógena ou quando o metal de adição tem a mesma composição do metal de base, sendo este tratamento feito com o intuito de restabelecer o correto balanço de fases. Recomendam-se temperaturas na faixa de 1050° a 1100°C, tempos de 5 a 30 minutos (suficientes para dissolução das fases indesejadas que possam está presentes) e resfriamento rápido (para evitar as fases intermetálicas precipitem novamente).¹¹

2.2.4 Metal de adição.

Os dois tipos de metal de adição mais utilizados na soldagem dos AID são:

- Metais de adição com composição química igual a do metal base;

- Metais de adição superligados principalmente em Ni.

Os primeiros só são utilizados quando um tratamento térmico pós-soldagem estiver previsto, pois soldas feitas com metais de adição com composição química idêntica ao do metal de base tendem a formar uma zona fundida rica em ferrita. Com isso, faz-se necessário um tratamento térmico pós-soldagem para restabelecer o balanço de fases da zona fundida. Já os metais de adição enriquecidos em Ni, caracterizam-se por terem aproximadamente de 2,5 a 3,5% de Ni a mais que o metal de base. Essa percentagem extra de Ni dá ao consumível a capacidade de produzir uma zona fundida mais bem equilibrada, pois o Ni tem a função de promover uma maior formação de austenita. Esse fato é explicado, segundo Muthupandi et al (2003),²⁶ devido ao aumento na temperatura solvus da ferrita promovido pelo Ni. A FIGURA 4 melhor ilustra o efeito do Ni sobre o diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni para 65% de Fe. Nesta figura podemos ver que o Ni aumenta o campo bifásico ferrita-austenita, fazendo com que a transformação ferrita-austenita no resfriamento se inicie em temperaturas mais altas.

Uma outra forma de tornar a zona fundida mais rica em austenita é aumentando-se a quantidade de N na poça de fusão através do metal de adição. Segundo Liou et al (2002 apud HERTZMAN et al, 1997; HOFFMEISTER et al, 1994),^{28, 29} o efeito do N é aumentar a temperatura solvus da ferrita obtendo-se o mesmo efeito do Ni. Ogawa et al (1987)³⁰ também constataram um aumento marcante da quantidade de austenita do metal de solda, quando se aumentou a percentagem de N de 0,05 para 0,15%. Além disso, segundo os mesmos autores, há uma diminuição da suscetibilidade da ocorrência de trincas por hidrogênio quando o teor de austenita da junta é aumentado. Deve-se mencionar que a introdução deste elemento na poça de fusão também tem reflexos na ZAC, pois uma poça mais rica em N evita a migração deste elemento da ZAC para a poça de fusão, deixando a quantidade de austenita em teores aceitáveis.

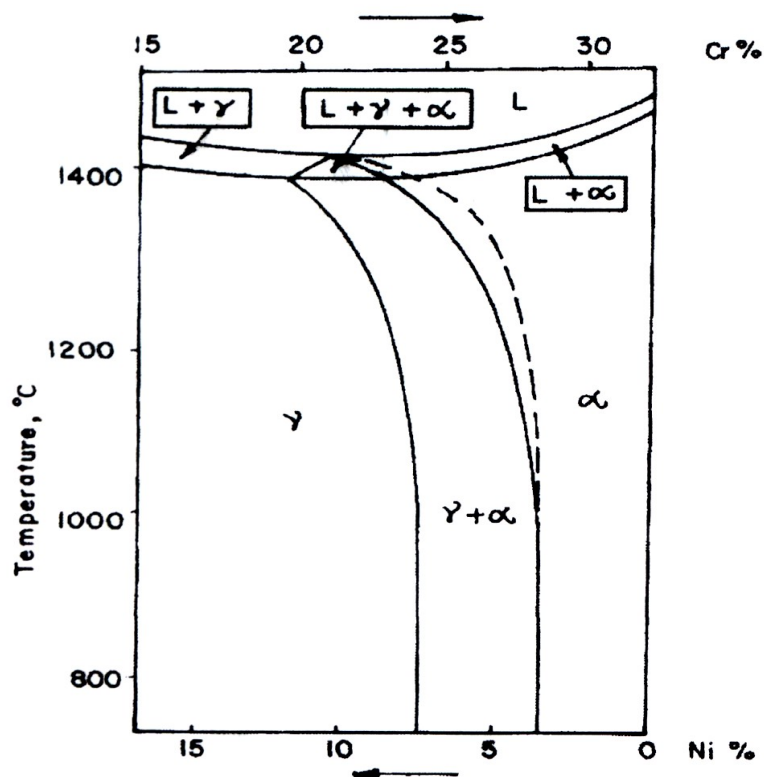


FIGURA 4 - Efeito do Ni sobre a seção transversal do diagrama pseudobinário 65%Fe-Cr-Ni.²⁶

2.2.5 Gases de proteção.

O gás de proteção mais comumente usado em processos que requisitam tal tipo de proteção é o Ar (argônio). No entanto, na soldagem dos AID recomenda-se uso de N, entre 1 a 10% em volume, misturado ao argônio. Desta forma evita-se que a zona fundida perca em resistência à corrosão e tenacidade.^{11, 31} Além disso, misturando-se o N ao Ar nas proporções citadas evita-se ZAC fique empobrecida em N e promove-se uma maior formação de austenita na zona fundida. O N puro também pode ser usado como gás de proteção, porém esta prática pode afetar o balanço de fases, pois haverá formação de austenita em grande quantidade, tendo em vista o forte efeito austenitizante do N. Além disso, com uma junta rica em N, aumenta-se a probabilidade de ocorrer precipitação de nitretos.

2.3 Microestrutura da junta soldada

A soldagem dos AID produz regiões de microestruturas bem características obtidas através de transformações ocorridas durante a solidificação (poça de fusão) e transformações ocorridas no estado sólido (ZAC). As mudanças microestruturais destas duas

regiões devem ser tais que os seus controles proporcionem as melhores propriedades possíveis à junta soldada. Assim sendo, deve-se dá atenção especial a estas duas regiões, pois nelas ocorrerão os principais problemas devido à soldagem do material. Garantindo-se uma microestrutura balanceada e isenta da precipitação de compostos intermetálicos, tanto da ZAC como na zona fundida, estamos atestando o bom desempenho do AID, daí a importância de se conhecer suas microestruturas, pois através do estudo microestrutural destas regiões poderemos entender o comportamento do AID na condição soldada.

A microestrutura característica tanto da zona fundida como da ZAC é consequência da história térmica a qual essas regiões foram submetidas. A FIGURA 5 mostra um diagrama esquemático relacionando a repartição térmica com o diagrama pseudobinário 70%Fe-Cr-Ni de um AID. Nesta figura podemos destacar cinco regiões com mudanças microestruturais ocorridas com a soldagem. São elas: zona fundida, zona de ligação e uma zona afetada pelo calor formada por uma zona de crescimento de grão ferrítico e zona parcialmente transformada e, por fim, metal base não afetado.

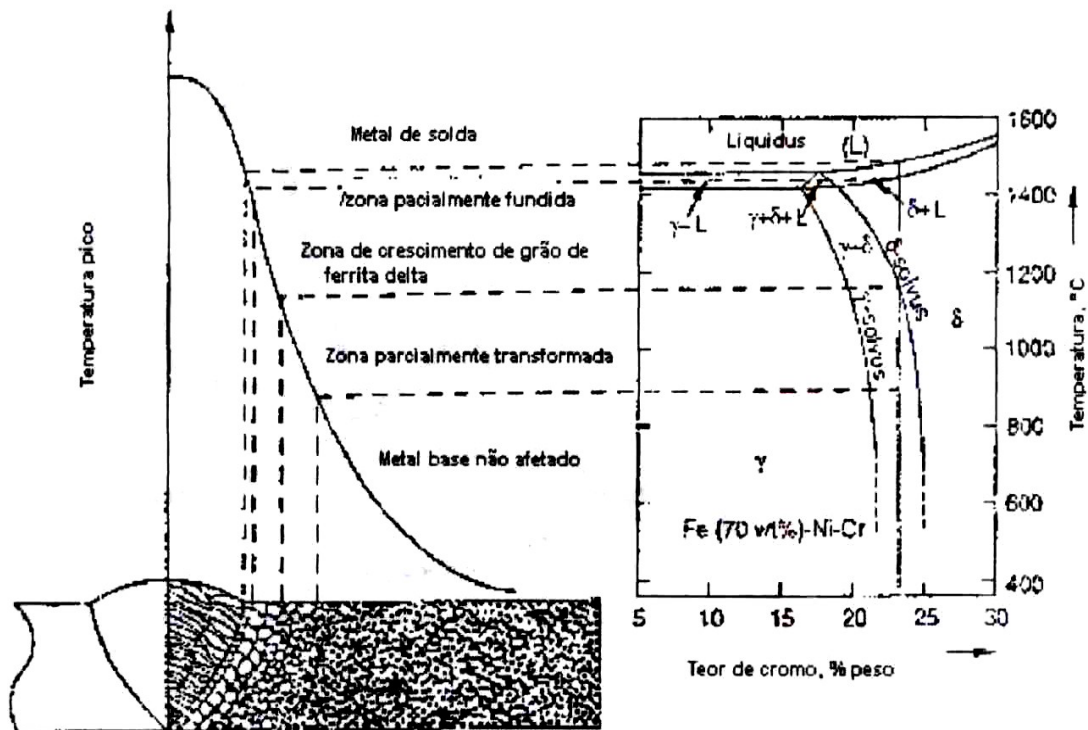


FIGURA 5 - Diagrama esquemático relacionando as cinco regiões de uma junta soldada de AID ao diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni.³²

2.3.1 Microestrutura da zona fundida.

O balanço microestrutural da zona fundida pode variar consideravelmente no AID, sendo este determinado por fatores como composição química do metal de adição, gases de proteção, processo de soldagem empregado e velocidade de resfriamento.

Muito esforço é feito para se tentar prever o balanço de fases da zona fundida, pois uma grande diferença entre a quantidade das fases poderá acarretar danos ao material. Por exemplo, uma junta muito rica em ferrita tenderá a uma diminuição da tenacidade³³ e à precipitação de nitretos.³⁴ Algumas ferramentas bastante utilizadas para essa previsão são os diagramas de Schaeffler-1949, DeLong-1956, WRC-1988 e WRC-1992. Todos esses diagramas tentam prever a quantidade de ferrita do metal de solda baseados em medidas de composição química. Desses diagramas os mais apropriados para o uso em AID são os WRC-1988 e 1992,³⁵ pois estes levam em conta as limitações dos diagramas anteriores que os tornavam inapropriados para a utilização em AID.

Outro aspecto importante referente à microestrutura da zona fundida é a morfologia das fases, pois esta, segundo Shinozaki et al (1992 apud HERTZMAN et al, 1986)³⁶ pode ter grande influência sobre a precipitação de nitretos de cromo. Muthupandi et al (2003)²⁶ reportaram três morfologias diferentes de austenita na zona fundida de uma AID 2205 que se formam, segundo eles, devido às severas condições de resfriamento da solda. Foram elas: alotrimórfica no contorno de grão, placas laterais de Widmanstätten e austenita intragranular. Chen e Yang (2002)³⁷ e Hwang et al (1991)³⁸ também reportaram as mesmas morfologias em seus trabalhos. A seqüência de transformação durante o resfriamento da solda é a seguinte: a austenita precipita, em temperaturas abaixo da linha solvus da ferrita, de forma alotrimórfica, ao longo dos contornos de grão da matriz ferrítica, em seguida, placas laterais de austenita Widmanstätten surgem, a partir dos contornos de grão ferríticos ou da austenita alotrimórfica já existente, crescendo para o interior dos grãos da matriz ferrítica e, por fim, em temperaturas mais baixas, surgem partículas de austenita intragranular precipitadas dentro dos grãos ferríticos. Deve-se ressaltar que as morfologias apresentadas acima se encaixam no sistema de classificação morfológica proposta por Dubé apud Aaronson para a ferrita em aços baixo carbono.³⁹ A FIGURA 6 mostra esquematicamente algumas morfologias da austenita, segundo a classificação proposta por Dubé apud Aaronson. Deve-se observar que esta figura não reporta o esboço da austenita tipo intragranular.

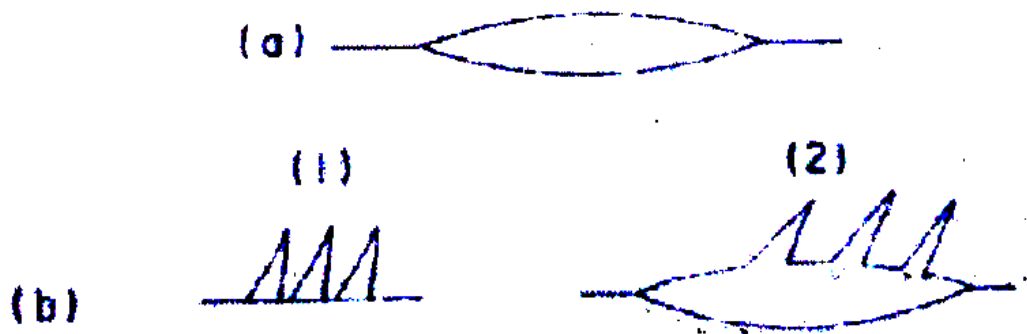


FIGURA 6 - Algumas morfologias do sistema de classificação morfológica proposto por Dubé apud Aaronson.³⁹
 (a) Alotrimórfica (b) Placas laterais de Widmanstätten.

2.3.2 Microestrutura da ZAC.

A microestrutura da ZAC, diferente daquela verificada na zona fundida, será controlada basicamente pela repartição térmica e ciclos térmicos ocorridos nesta região. Em outras palavras, as condições de aquecimento e resfriamento da junta, aliadas às temperaturas máximas e tempos de permanência nestas temperaturas determinarão microestrutura da ZAC.

Nos AID a ZAC pode ser dividida em duas sub-regiões⁴⁰: zona afetada pelo calor de temperatura elevada (ZACTE) e de temperatura baixa (ZACTB).

A ZACTE está compreendida entre as temperaturas solidus e solvus da ferrita, sendo esta região caracterizada por se encontrar no campo monofásico ferrítico e por apresentar um acentuado crescimento de grão ferrítico, fazendo com que sua largura seja bastante característica. Além disso, o tamanho de grão da ZACTE dependerá essencialmente do tempo e temperatura que esta região permaneceu acima da temperatura solvus. Já este tempo de permanência, por sua vez, dependerá de fatores como parâmetros de soldagem, geometria da junta e composição química do aço.⁴¹ Vale ressaltar que o tempo de permanência além de influenciar a largura da ZACTE, influenciará também o balanço de fases naquela região. Uma prática usada normalmente para se controlar o balanço microestrutural da ZAC e da zona fundida é o controle do tempo de resfriamento entre 1200 e 800°C ($\Delta t_{12/8}$), pois, segundo Liou et al (2002 apud LINDBLOM et al, 1991),⁴² esta é a faixa típica de reformação de austenita e precipitação de outras fases no AID. Embora não haja um valor específico, segundo Liou et al, (2002 apud DAVISON e REDMOND, 1990)⁴³ uma quantidade de ferrita acima de 75% é inaceitável para a maioria das aplicações.

A FIGURA 7 apresenta um ciclo térmico genérico de um ponto dentro da ZACTE. Na figura podemos notar que o ciclo é dividido em três regiões, onde em cada uma delas ocorrem diferentes transformações de fases. Na região I tem-se o aquecimento do

material até a temperatura solvus da ferrita. Esta região é marcada pela dissolução da austenita e dos precipitados em ferrita, porém o grau dessa dissolução dependerá da taxa de aquecimento do material, ou seja, quanto mais lento for o aquecimento maior será a dissolução. A região II é marcada pela completa transformação da austenita e/ou precipitados intermetálicos em ferrita, tendo em vista sua total localização dentro do campo monofásico ferrítico. Essa região é caracterizada pelo acentuado crescimento de grão ferrítico. Por fim, a região III é caracterizada pelo resfriamento a partir da temperatura solvus até a temperatura ambiente. Esta fase de resfriamento é primordial para o controle das propriedades da junta e manutenção do bom desempenho do AID na condição soldada. Durante o resfriamento, além de ocorrer a reformação de austenita, chamada de austenita secundária (γ_2), pode ocorrer também a precipitação de compostos intermetálicos como os citados no Item 2.1. Dentre os compostos intermetálicos mais comuns que podem precipitar durante o resfriamento podemos citar os nitretos e carbonetos que tendem a precipitar nos contornos de grão α/α e nas interfaces α/γ , podendo também precipitar a partir de inclusões¹⁴ e discordâncias. De maneira semelhante à zona fundida, a austenita reformada na ZACTE terá preferência por precipitar ao longo dos contornos de grãos ferríticos, de modo que para grandes tamanhos de grão, teremos uma diminuição na precipitação de austenita, pois a área de contornos para a nucleação será menor.²⁶ À medida que se diminui a velocidade de resfriamento e os contornos de grãos ferríticos vão sendo totalmente preenchidos com austenita, esta passará a se apresentar como placas laterais de Widmanstätten e, por fim, como austenita intragranular.

A ZACTB tem como limite superior a temperatura solvus da ferrita e é a região caracterizada por sempre se manter no campo bifásico, porém com diferentes frações volumétricas de austenita e ferrita.⁴¹ Os ciclos térmicos aos quais é submetida essa região permitem a ocorrência de várias transformações. Dependendo da temperatura máxima atingida pelos ciclos térmicos, podemos verificar a ocorrência da dissolução parcial da austenita e posterior reprecipitação da mesma, gerando diferentes frações volumétricas ao longo desta região. Além disso, pode haver também a precipitação de compostos intermetálicos, porém, no caso dos nitretos, por exemplo, em níveis muito menores que na ZACTE, pois a quantidade de austenita na ZACTB é maior que na ZACTE.

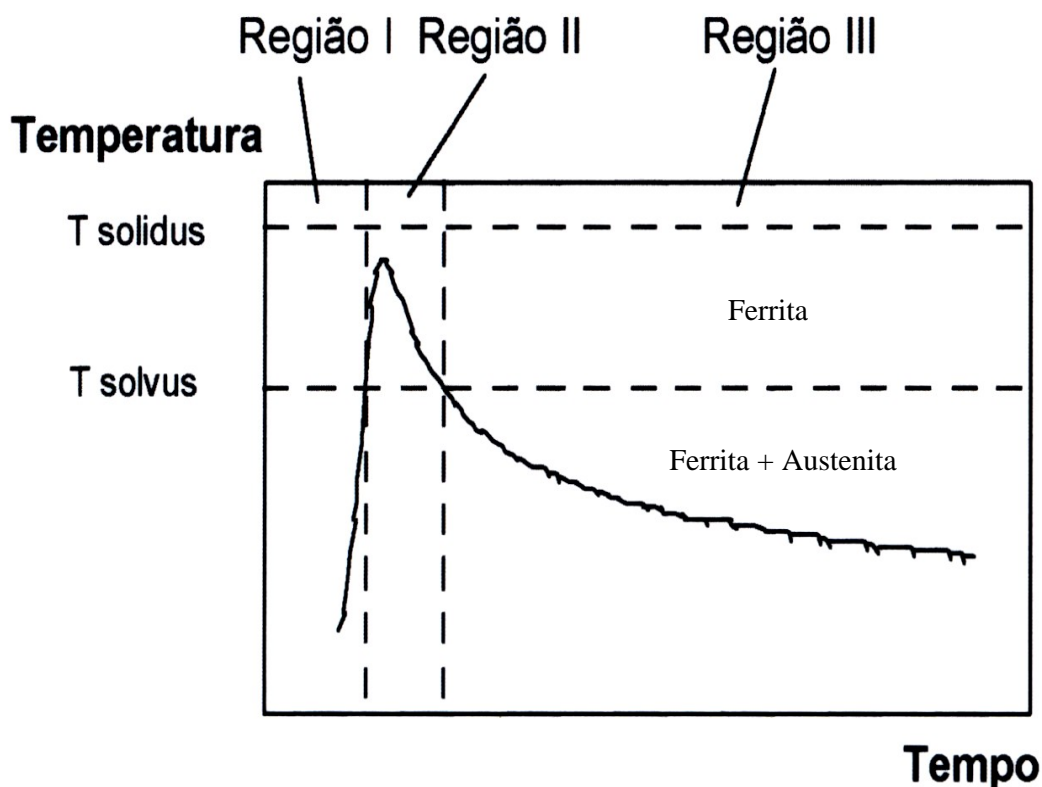


FIGURA 7 - Ciclo térmico genérico de um ponto localizado na ZACTE.⁴⁴

2.4 Energia de soldagem

Dentre os parâmetros de soldagem, certamente, a energia de soldagem é um dos que mais influencia a microestrutura final e, por conseguinte, as propriedades de uma junta de AID. Isso ocorre por que através da energia de soldagem podemos manipular o tempo de resfriamento da junta e, como já foi comentado, este determinará não só a fração volumétrica das fases como também a precipitação de fases danosas ao material.

Uma energia de soldagem alta leva a uma velocidade de resfriamento menor e, conseqüentemente, ao favorecimento da formação de austenita, tanto na zona fundida como na ZAC, levando a uma microestrutura mais equilibrada. No entanto, esse resfriamento lento poderá favorecer um crescimento exagerado de grãos, principalmente na ZACTE, e à precipitação de fases intermetálicas. O resultado disso será uma drástica queda não só na tenacidade como na resistência à corrosão do material.

Por outro lado, o uso de uma baixa energia de soldagem significará uma velocidade de resfriamento maior, ou seja, uma maior dificuldade de formação de austenita. Esse fato favorecerá uma junta mais rica em ferrita. Além disso, Shinozaki et al (1992 apud

HERTZMAN et al, 1986)³⁶ mostraram que mesmo um resfriamento muito rápido, da ordem de 2500°C/s, não é capaz de prevenir a precipitação de nitretos de cromo.

Vários autores ^{14, 45} recomendam uma energia de soldagem tal que seja alta suficiente para formação de uma quantidade adequada de austenita, porém evite a precipitação de fases intermetálicas prejudiciais ao material. Como exemplo, Giraldo (2001 apud FOLKHARD 1988) ⁴⁶ sugeriu um tempo de resfriamento $\Delta t_{12/8}$ próximo de 20 segundos a fim de se evitar a precipitação de outras fases na ZAC, principalmente se a soldagem for feita em chapa fina. Já Liljas (1994) ⁴⁰ recomendou o uso de um $\Delta t_{12/8}$ na faixa de 4 a 15 segundos para se conseguir uma microestrutura balanceada na junta. Também é comum o uso de $\Delta t_{8/5}$ em vez do $\Delta t_{12/8}$, para esse caso Jana (1992 apud NASSAU, 1982)⁴⁷ recomendou um tempo de resfriamento na faixa de 8 a 30 segundos para se obter alta quantidade de austenita com o mínimo de sensitização.

2.5 Precipitação de fases durante a soldagem dos aços inoxidáveis duplex.

Os AID são aços com altos teores de elementos de liga. Esse fato os tornam bastante propensos à formação de compostos intermetálicos que tendem a diminuir, não só as propriedades mecânicas, como também as propriedades de resistência à corrosão. Muitos estudos acerca da precipitação em AID e AISD têm sido baseados em tratamentos isotérmicos, no entanto, a soldagem também pode acarretar tal fenômeno, tornando-se assim, assunto de amplas investigações.

Em virtude dos ciclos térmicos característicos da soldagem, a precipitação nos AID se apresenta na forma de compostos finamente dispersos em regiões preferenciais (contornos de grão α/α , interfaces α/γ , inclusões, discordâncias e aglomerações de lacunas). ^{14, 32} A precipitação nos AID é fortemente dependente da temperatura e do tempo de permanência na faixa de precipitação. Assim sendo, muitos fatores podem influenciar o grau de precipitação nos AID, podendo-se destacar os parâmetros de soldagem, mais especificamente a energia de soldagem, composição química do aço e geometria da junta. A FIGURA 8 apresenta um diagrama TTP (temperatura – tempo – precipitação) para dois tipos de AID. Nesta podemos ver a influência da composição química sobre a temperatura e o tempo de precipitação para os dois aços. No aço 1, cujo a composição química é 0,028%C – 21,8%Cr – 5,0%Ni – 3,12%Mo – 0,113%N – 0,45%Si – 1,63%Mn, a precipitação começa por volta de 800°C após 2,5 min. Já para o aço 2, de composição química 0,028%C – 20,9%Cr – 7,4%Ni – 2,3%Mo – 0,073%N – 0,5%Si – 1,63%Mn – 1,4%Cu, tem-se um início

de precipitação por volta de 850°C após alguns segundos. Atribui-se essa diferença de comportamento aos teores de Cr e Mo.

A seguir será feita uma breve descrição das fases mais prováveis de precipitar na soldagem de um AID. São elas: nitretos de cromo (Cr_2N), fase sigma (σ) e carbonetos de cromo (M_7C_3 e M_{23}C_6).

2.5.1 Nitretos de cromo (Cr_2N)

A precipitação de Cr_2N ocorre na faixa de temperatura entre 700 e 900°C^{4, 48} e acontece principalmente devido à baixa solubilidade do N na ferrita, se comparado com a austenita. Assim sendo, esta precipitação será fortemente dependente da quantidade de ferrita na junta. Caso esta seja soldada com baixa energia de soldagem, ocorrerá uma forte precipitação de Cr_2N , tanto nos contornos α/α , quanto no interior dos grãos ferríticos, tendo em vista uma microestrutura altamente carregada em ferrita supersaturada em N. Outro fator agravante para que esta precipitação seja facilitada é o aumento de N na poça de fusão, pois este elemento faz parte do nitreto.

Como já foi discutido ao longo da revisão bibliográfica, a presença destes nitretos pode diminuir tanto a resistência à corrosão localizada, como a resistência mecânica, principalmente a tenacidade.

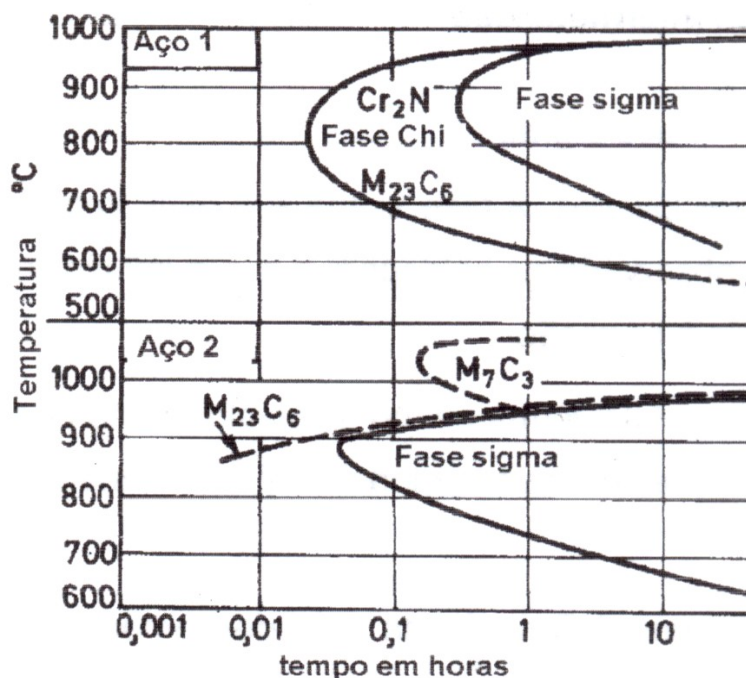


FIGURA 8 - Diagrama TTP para dois AID (Aço 1 e Aço 2) distintos.³⁹

2.5.2 Fase σ

A fase σ é um composto Cr-Mo de estrutura tetragonal, caracterizado por elevados níveis de dureza (900 a 1000 HV) e fragilidade a temperatura ambiente.^{49, 50}

Sua faixa de temperatura de precipitação varia de 600 a 1000°C e é fortemente influenciada pela composição química da liga, principalmente do Cr e Mo. Tendo em vista que no AID a ferrita é mais rica nesses elementos, além de ser metaestável na faixa de temperatura de precipitação da fase σ , é fácil pensar que a precipitação de fase σ se dá a partir da decomposição da ferrita. Isso se dá durante a decomposição eutetóide da ferrita em $\gamma+\sigma$. A FIGURA 9 apresenta uma curva TTT de precipitação da fase σ num AID UNS S31803. Além da composição química, o tempo de tratamento de solubilização também influencia a precipitação de fase σ . Giraldo (2001 apud ROSCOE et al, 1984)⁵¹ reportaram que a precipitação ocorre mais rapidamente para temperaturas de solubilização menores. Além da composição química da liga e da temperatura de solubilização, a deformação a frio ou a quente (RAMIREZ, 1997 apud BLENKINSOP, 1967)⁵² e a fração volumétrica das fases ferrítica e austenítica também podem ter influência sobre a precipitação de fase σ .

A presença de fase σ na microestrutura do AID diminui drasticamente propriedades mecânicas do material como tenacidade, redução de área, alongamento e limite de escoamento. É reportado na literatura que a presença de apenas 1% de fase σ leva a uma redução de aproximadamente 50% na energia absorvida durante um ensaio de impacto.³⁹ Já em relação à resistência à corrosão, a presença de fase σ também traz prejuízos ao AID, pois a precipitação desta fase é acompanhada por um empobrecimento de Cr da ferrita dos arredores dos precipitado e isso pode levar à corrosão localizada.^{53, 54}

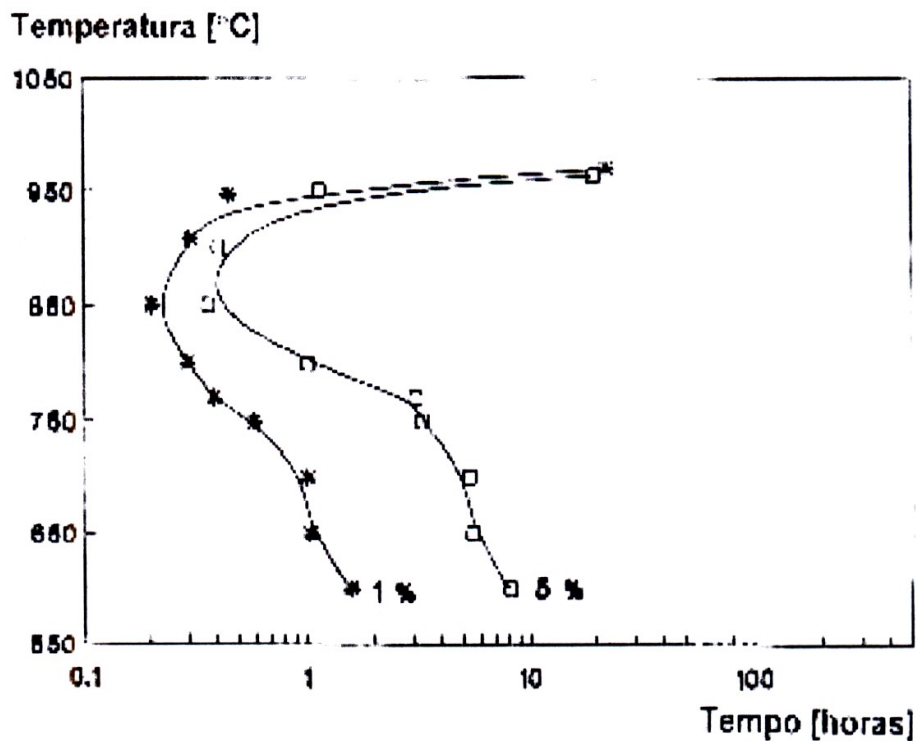


FIGURA 9 - Diagrama TTT de precipitação de fase σ no AID UNS S31803. (RAMIREZ, 1997 apud BRANDI, 1992).⁵⁵

2.5.3 Carbonetos de cromo (M_7C_3 e $M_{23}C_6$)

Normalmente estes compostos são observados em aços inoxidáveis austeníticos, porém sua ocorrência em AID também é bastante possível. A precipitação de carbonetos, principalmente a ocorrida em baixas temperaturas, pode levar a sensitização do material, afetando assim sua resistência à corrosão intergranular. Podem se apresentar na forma $M_{23}C_6$, M_6C , M_7C_3 , sendo a primeira mais comum.

A precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ pode ocorrer como resultado de tratamentos de solubilização e recristalização na faixa de 550 a 950°C, porém as taxas mais rápidas dessa precipitação ocorrem na faixa entre 650 e 700°C. Os locais preferenciais para esta precipitação são, primeiramente, as interfaces α/γ e/ou contornos de grão α/α . Porém, também pode haver precipitação nos contornos de macla e inclusões.

A aparência destes precipitados pode variar de acordo com o tempo e temperatura em que ocorre a precipitação. Para temperaturas menores os compostos $M_{23}C_6$ podem se apresentar na forma de uma precipitação fina e contínua. Já para precipitação ocorrida na faixa de temperatura entre 600 e 700°C partículas de características dentríticas, que tendem a crescer com o tempo, são formadas. Outra morfologia é a precipitação de $M_{23}C_6$ na forma de

partículas globulares que também ocorre para altas temperaturas. Essa morfologia é influenciada pela orientação dos contornos, grau de desvio e temperatura. (ASM SPECIALTY HANDBOOK – Stainless Steels, 1994 apud STICKLER, 1961)⁵⁶

2.6 Influência dos elementos de liga sobre a precipitação.

Uma alternativa geralmente utilizada com o intuito de produzir ligas inoxidáveis cada vez mais resistentes à corrosão é a introdução de elementos de liga na sua composição. Um exemplo disso é a introdução de W e Mo ao AISD para se melhorar a resistência à corrosão por pite deste material. A introdução destes elementos, às vezes, procura atender, não só o quesito resistência à corrosão, como também melhorar a resistência mecânica. É o exemplo do Nb que, além de melhorar a resistência à corrosão e ao desgaste,^{5, 57, 58} também, segundo Rossiti e Rollo (1997 apud KEWON, 1981; CHRISTIANUS, 1991),^{59, 60} funciona como refinador de grão. Já Shinozaki et al (1992)⁶¹ atribuíram ao acréscimo de N um efeito duplo em relação à suscetibilidade ao trincamento por hidrogênio. Quando este era introduzido de forma a apenas aumentar a quantidade de austenita na solda de AID, a suscetibilidade ao trincamento por hidrogênio diminuía. Porém, se este produzisse uma precipitação de Cr₂N a probabilidade de trincamento por hidrogênio em soldas completamente ferríticas aumentava.

A grande desvantagem desta introdução de elementos de liga é a o aumento considerável da suscetibilidade à precipitação de compostos intermetálicos. Assim sendo, mesmo que a resistência à corrosão do material seja bastante melhorada pela introdução de elementos de liga, as condições de trabalho nas quais o material é utilizado podem promover a precipitação destes compostos danosos ao material. A FIGURA 10 apresenta uma curva TTT mostrando o efeito de alguns elementos de liga sobre a cinética de precipitação destes compostos.

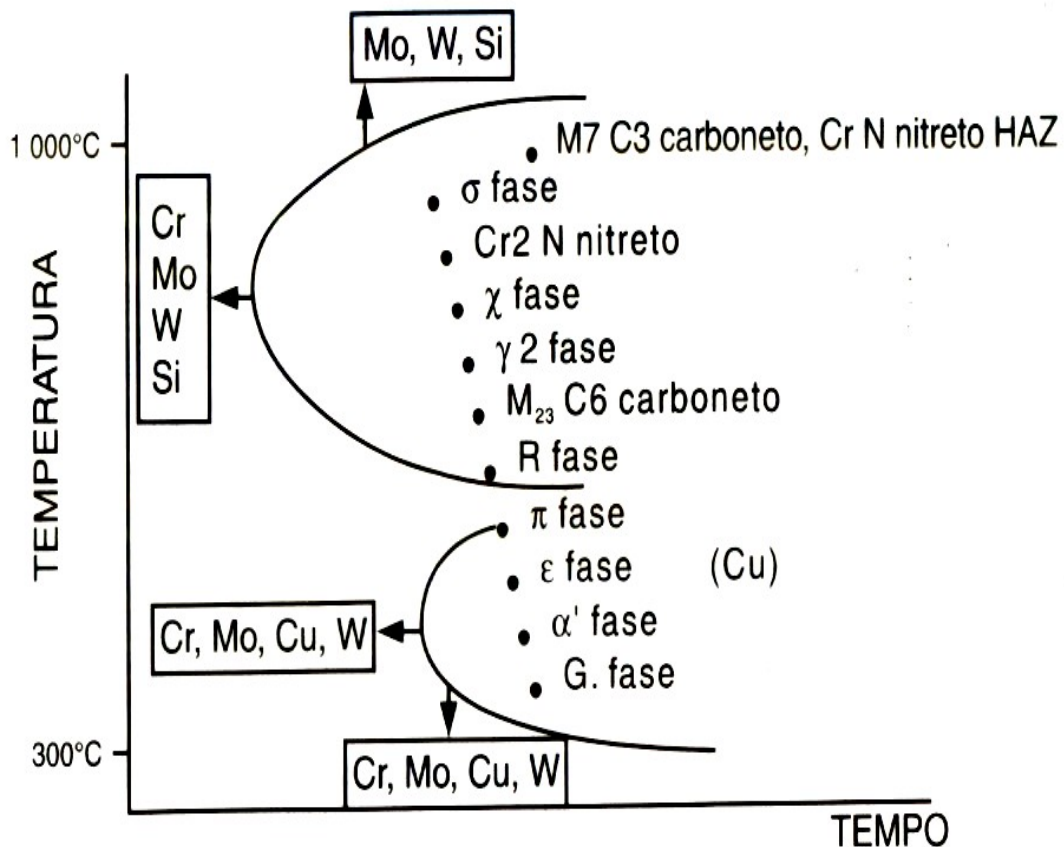


FIGURA 10 - Curva TTT indicando a influência dos elementos de liga sobre a precipitação de compostos intermetálicos em AISD.⁵⁵

Vários outros trabalhos vêm explorando a influência dos elementos de liga sobre a precipitação de compostos intermetálicos. Mori et al (1997)⁶² estudaram a influência do Cr, Mo, Ni, W e W sobre a precipitação de fase σ em um AISD. Giraldo (2001 apud LILJAS E QVARFORT, 1986)⁶³ pesquisaram o efeito do N sobre o metal de solda e metal de base do UNS S31803. Lee et al (1998)⁶⁴ encontraram uma melhora na resistência ao impacto em ZACs simuladas de AISD 25%Cr-7%Ni com diferentes teores de W. Em outra pesquisa, também usando AISD, os Lee e colaboradores (1998)⁶⁵ detectaram a presença de fase χ nos primeiros estágios de amostras envelhecidas entre 700 e 1050°C.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material.

O material utilizado neste trabalho foi uma chapa de aço inoxidável duplex, cuja designação pela Unified Numbering System (UNS) é UNS S31803. A escolha deste material levou em conta sua larga utilização dentre os AID comercialmente usados. As composições químicas do material e do eletrodo usado na soldagem são apresentadas na TABELA 7.

TABELA 7 - Composição química do AID UNS S31803 e do eletrodo revestido AWS 2209.

	Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	S	P	Si	Cu	Nb
UNS S31803	22,22	5,59	3,08	0,18	0,018	1,48	0,001	0,019	0,45	0,28	0,021
AWS 2209-17	23,0	9,0	3,0	0,15	0,02	0,8	-	-	0,8	-	-

3.2 Métodos experimentais.

3.2.1 Caracterização do material como-recebido.

Conforme visto na revisão bibliográfica, geralmente os AID são fornecidos no estado solubilizado, mantendo uma microestrutura composta por partes aproximadamente iguais de ferrita e austenita. Para comprovar este fato foi procedida a caracterização do material objeto de pesquisa no estado como-recebido via microscopia ótica (MO) e difração de raios X.

Na difração de raios X procurou-se comprovar que as únicas duas fases presentes na microestrutura do material eram ferrita e austenita. As medidas de difração foram feitas num difratômetro X'Pert Philips® e aquisição dos dados feitas pelo pacote de softwares pertencentes ao equipamento (X'Pert Data Collector, X'Pert Graphs and Identify e X'Pert Organizer). Os parâmetros para as medidas foram: tubo de cobre com monocromador, intervalo de varredura entre os ângulos 20 e 120°, passo de 0,02°, tempo por passo 2,5 s e velocidade de varredura de 0,008 °/s. Deve ser ressaltado que estes parâmetros foram mantidos para todas as medidas de raios X feitas no trabalho.

Já na microscopia ótica (MO), procurou-se quantificar, via software de análise de imagens, a fração volumétrica de cada uma das fases. Para esta etapa utilizou-se um microscópio ótico com câmera acoplada Olympus BX51M e o software Image Pro-Plus para aquisição das imagens e Materials Pro-Info para quantificação de fases.

3.2.2 Soldagem do material.

O material foi recebido como uma chapa com as seguintes dimensões em bruto 370x200x12 mm. Em seguida, oito corpos de prova com dimensões de 40x200x12,7 foram cortados e soldados em simples deposição com eletrodo revestido AWS 2209-17, cuja composição química pôde ser vista na TABELA 7.

Para a soldagem dos corpos de prova utilizou-se uma fonte universal (multiprocesso) de soldagem acoplada a uma placa de aquisição de dados pertencente ao Laboratório de Engenharia da Soldagem da UFC (ENGESOLDA). A TABELA 8 apresenta as condições de soldagens aplicadas aos corpos de prova de AID.

A TABELA 8 traz uma particularidade relacionada às condições 9 e 10. Nestas foram utilizados corpos de prova com dimensões diferentes dos demais. Para estas condições os corpos de provas tinham as seguintes dimensões: 100x200x12,7. Isso aconteceu para se tentar verificar a influência das dimensões do corpo de prova sobre a velocidade de resfriamento e, por conseqüência, no balanço de fases. Maiores detalhes sobre a necessidade da inclusão destas duas condições extras serão apresentados no capítulo de resultados e discussões.

TABELA 8 - Condições de soldagem realizadas no trabalho.

Condição	Corrente (A)	Vel. de soldagem (cm/min)	Energia de soldagem (kJ/cm)	Meio de Resfriamento	Pré-aquecimento
1	80	10	12	Ar calmo	Não
2	80	20	6	Ar calmo	Não
3	80	30	4	Ar calmo	Não
4	120	10	18	Ar calmo	Não
5	120	20	9	Ar calmo	Não
6	120	20	9	Ar calmo	Sim/200°C
7	120	20	9	Água	Não
8	120	20	9	Óleo	Não
9 ^(*)	120	20	9	Ar calmo	Não
10 ^(*)	120	20	9	Ar calmo	Sim/200°C

(*) Condições adicionais aplicadas a corpos de prova com dimensões diferentes das demais.

3.2.3 Preparação das amostras.

Depois de soldados, os corpos de prova foram cortados em sete partes. Destas, foram desprezadas as duas extremidades do cordão de solda, correspondentes às fases de abertura e fechamento do arco. Este procedimento resultou em quarenta amostras úteis para o trabalho, as quais foram nomeadas segundo suas localizações ao longo do cordão de solda como BI, BII, BIII, BIV e BV do início para o final do cordão. Para melhor compreensão, a FIGURA 11 mostra o trecho intermediário, como região de interesse, de onde foram tiradas as amostras de cada condição de soldagem.

Em relação às condições 9 e 10, delas também foram extraídos os trechos de abertura e fechamento de arco, restando apenas a região de interesse. No entanto, em vez de cinco, foram cortadas apenas três amostras de cada região. Estas amostras foram designadas por BI, BII e BIII, ou seja, BI no início, BII no meio e BIII no final da região de interesse.

Em suma, todas as amostras usadas na pesquisa obedeceram a seguinte nomenclatura: xB-y, em que x representa a condição de soldagem, B diz respeito ao trecho intermediário (região de interesse), excluídos trechos referentes à abertura e fechamento do arco e y a localização da amostra no corpo de prova.

3.2.4 Caracterização e análise dos corpos de prova soldados.

- Amostras para metalografia.

As amostras escolhidas para metalografia foram preparadas da seguinte forma: todas elas foram lixadas em suas seções transversais ao cordão de solda com lixas d'água com granulometria de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200. Após o lixamento as amostras foram polidas com pasta de diamante de $6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$.

Devidamente polidas as amostras foram atacadas quimicamente para revelação de suas microestruturas. Num primeiro momento, desejava-se apenas quantificar as fases das amostras, assim era necessário que o ataque fornecesse um contraste de fases adequado. Com esse intuito, foram testados três reagentes diferentes. Foram eles: Murakami (10g de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ + 10g KOH + 100ml de água)⁶⁷, Kalling (5g CuCl_2 + 100ml HCl + 100ml etanol)⁶⁷ e Behara modificado (0,3 a 0,6g de metabissulfito de potássio + 20ml HCl + 100ml água).

Ao final destes testes foi concluído que o reagente que causou maior contraste de fases foi o Behara modificado. Com isso, todas as aquisições de imagens para posterior quantificação foram feitas utilizando-se o reagente mencionado. Para a etapa de quantificação,

de cada corpo de prova, foram escolhidas três amostras estrategicamente localizadas ao longo do cordão de solda, ou seja, uma no início (BI), outra na metade (BIII) e uma última no final (BV) da região de interesse (trecho intermediário do cordão de solda). Este procedimento visou avaliar o comportamento das frações volumétricas ao longo do cordão de solda, tendo em vista que a soldagem foi feita manualmente. Devemos ressaltar também que na etapa de quantificação foram desconsideradas quaisquer outras fases que não ferrita e austenita. Isso devido à impossibilidade de se quantificar, via análise de imagens, os precipitados que, por ventura, existissem oriundos da soldagem. Um estudo qualitativo a respeito da precipitação nas amostras estudadas foi feito à parte e será explorado no capítulo de resultados e discussões.

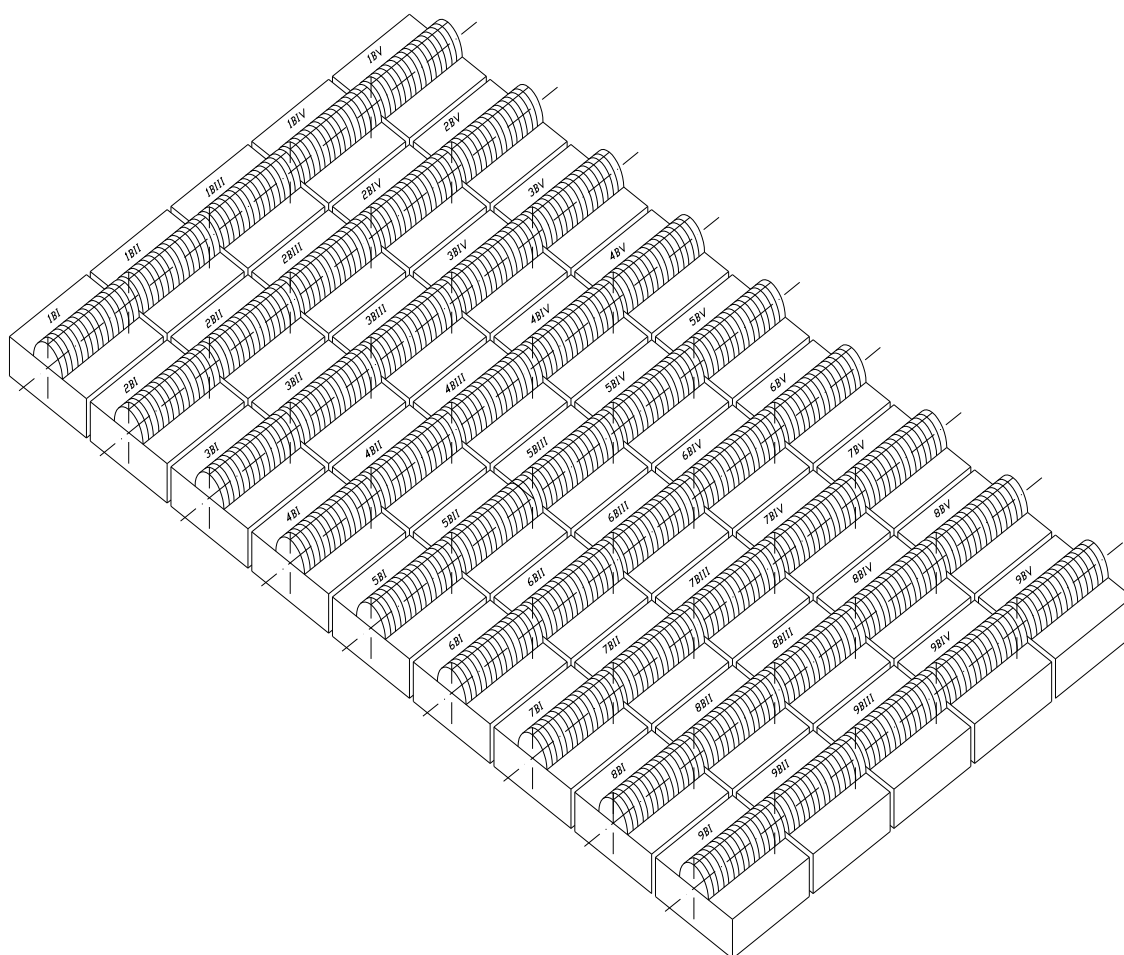


FIGURA 11 - Região de interesse (trecho intermediário) de onde foram extraídas as amostras ao longo de cordão de acordo com cada condição de soldagem.

- Amostras para difração de raios X.

Através da técnica de difração de raios X é possível quantificar as fases presentes na microestrutura de uma amostra, basta para isso, de posse de um difratograma, realizar, por meio de softwares específicos, um refinamento dos picos encontrados.

Tendo em vista que a fração volumétrica de uma fase específica é proporcional tanto a sua intensidade quanto ao seu fator de espalhamento, as expressões utilizadas para a quantificação por esta técnica foram.⁶⁸

$$\frac{I_{\alpha}}{I_{\gamma}} = \frac{K_{\alpha}C_{\alpha}}{K_{\gamma}C_{\gamma}} \quad \text{Equação 4}$$

$$K_{\alpha,\gamma} = \frac{1}{v^2} \left[|F^2| m \left(\frac{1 + \cos^2\theta}{\sin^2\theta \cos\theta} \right) \right] \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad \text{Equação 5}$$

$$C_{\alpha} + C_{\gamma} = 1 \quad \text{Equação 6}$$

Nas expressões acima I é a intensidade, K é o fator de espalhamento, C é a fração volumétrica, v é o volume da célula unitária, F é o fator de estrutura, m é a multiplicidade, θ é o ângulo de reflexão do pico analisado, e^{-2M} é o fator de Debye-Waller e μ é o coeficiente de absorção linear. Os índices α e γ dizem respeito às fases ferrita e austenita respectivamente.

Uma outra finalidade da difração é a detecção de precipitados. Assim sendo, a aplicação desta técnica neste trabalho visou os dois objetivos comentados acima, ou seja, num primeiro momento, quantificação de fases (austenita e ferrita) e, posteriormente, detecção de precipitados. Sobre este último, maiores detalhes são apresentados no Item 3.2.7.

- Amostras para medidas magnéticas.

Uma outra técnica que pode ser utilizada para se quantificar fases é o magnetismo. Através de medidas da magnetização de saturação (m_s), podemos por meio da Equação 7 calcular a fração volumétrica de uma fase magnética.⁶⁹ No caso do AID a fase magnética é a ferrita, assim sendo, o uso desta técnica se aplicará apenas para a quantificação da ferrita. Na equação citada anteriormente C_{α} é a fração volumétrica da ferrita e m_s é a magnetização de saturação. O fator 133 é a magnetização de saturação intrínseca de uma folha fina de AID UNS S31803 com microestrutura 100% ferrítica.

$$C_{\alpha} = \frac{m_s(\text{emu/g})}{133(\text{emu/g})} \quad \text{Equação 7}$$

Para o uso desta técnica amostras circulares com aproximadamente 3 mm de diâmetro e 0,3mm de espessuras foram confeccionadas. Uma amostra correspondente a cada condição de soldagem foi escolhida. Desta, confeccionou-se três amostras circulares, uma extraída do metal de solda, outra da ZAC e outra do metal base, com as dimensões citadas acima. Ao final, vinte e sete amostras circulares foram usadas no estudo magnético. As amostras referentes às condições 9 e 10 não entraram neste estudo. Todos os testes foram realizados em um magnetômetro modelo EGG PAR 4500 pertencente ao Instituto de Física da Universidade de Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

- Amostras para EBSD.

A quarta técnica para quantificação de fases empregada neste trabalho foi a técnica de EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Para tanto amostras referentes às condições de 1 a 5 foram preparadas. A etapa de polimento foi minuciosamente cuidadosa, tendo-se por objetivo conseguir uma superfície finamente polida com mínimo de riscos possíveis. Sendo assim, as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII passaram pelos seguintes procedimentos de polimento:

1. Polimento em pasta de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm . Em cada pasta o tempo aproximado de polimento variou entre 20 e 30 minutos;
2. Polimento em sílica coloidal de 0,06 μm . O tempo aproximado de polimento para cada amostra foi de 40 minutos.

Foram realizadas duas varreduras em cada amostra, uma no MS e outra na ZACTE. No entanto, nesta última região, para algumas amostras, houve uma certa dificuldade de localização da região a ser varrida, tendo em vista que as amostras não foram atacadas.

Todas as medidas foram feitas em equipamento de EBSD da marca Oxford Instruments acoplado a um MEV de marca Philips XL 30 pertencente ao LACAM/UFC. O software usado para a aquisição e tratamento dos padrões de Kikuchi foi o Inca Microanalysis Suite.

3.2.5 Microdureza.

Testes de microdureza Vickers foram realizados em todas as amostras usadas na etapa de quantificação, ou seja, em três amostras (início – BI, meio – BIII e fim – BV da região de interesse) por condição, ao longo de cada cordão de solda. O intuito desta prática era verificar, por meio do perfil de microdureza, o comportamento da dureza da região soldada ao longo do cordão de solda.

A microdureza foi feita ao longo de uma linha vertical e outra horizontal nas seções transversais ao cordão de solda conforme a macrografia da amostra 4BIII mostrada na FIGURA 12.

Para as condições 10 e 11 também foi levantado o perfil de microdureza nas três amostras referentes a estas condições. No entanto os referidos perfis foram baseados apenas numa linha vertical.

Os testes foram realizados em um microdurômetro digital modelo HMV da marca Shimadzu e os parâmetros utilizados em todos os ensaios foram: carga de 1kg e tempo de penetração de 20 s.



FIGURA 12 - Macrografia indicando as impressões do teste de microdureza da amostra 4BIII.

3.2.6 Testes de corrosão.

Para avaliar a influência da soldagem sobre a resistência à corrosão, foram realizados testes de corrosão intergranular conforme descrição abaixo.

- Corrosão intergranular.

A técnica empregada para se avaliar a corrosão intergranular neste trabalho foi a polarização eletroquímica de reativação potenciocinética cíclica (PERC). Estes ensaios consistem na construção de uma pilha eletroquímica que promoverá uma aceleração do processo corrosivo da amostra. A pilha utilizada nestes experimentos era formada por dois eletrodos, um de referência (calomelano saturado) e um contra eletrodo de Pt (platina), um eletrólito, composto pela solução 0,5M H_2SO_4 + 0,01M KSCN, e um eletrodo de trabalho (peça a ser testada). Na técnica PERC, o corpo de prova é submetido a uma varredura de

potencial na direção anódica a partir do potencial de corrosão (varredura de ativação), até atingir a região de passivação, quando então a direção de varredura é revertida até o potencial de corrosão (varredura de reativação).⁷¹ Neste experimento o índice que mede o grau de corrosão intergranular, que neste caso chamamos de sensitização, é a razão entre a corrente máxima obtida durante a varredura de passivação (I_r) e a corrente máxima obtida durante a varredura de ativação (I_a).

Todos os testes foram realizados na célula eletroquímica desenvolvida por Herculano (2004)⁷¹ em seu trabalho de mestrado. A principal vantagem da utilização do dispositivo acima mencionado é a possibilidade de se realizar medidas pontuais, tornando possível a execução de vários ensaios, em regiões específicas, na mesma peça. A FIGURA 13 apresenta o arranjo experimental para estes testes.

Na execução dos ensaios de corrosão intergranular foi escolhida uma amostra por condição de soldagem, além disso, todos os testes foram realizados a uma temperatura de $28 \pm 1^\circ\text{C}$ e uma velocidade de varredura de 1mV/s . A leitura dos valores de corrente e tensão obtidos a partir da célula em operação foram feitos em uma espécie de fonte chamada Autolab. Essas informações eram enviadas a um computador, onde o software GPES 4 gerava os gráficos de corrente versus tensão em tempo real necessários para obtenção dos valores de I_r e I_a .

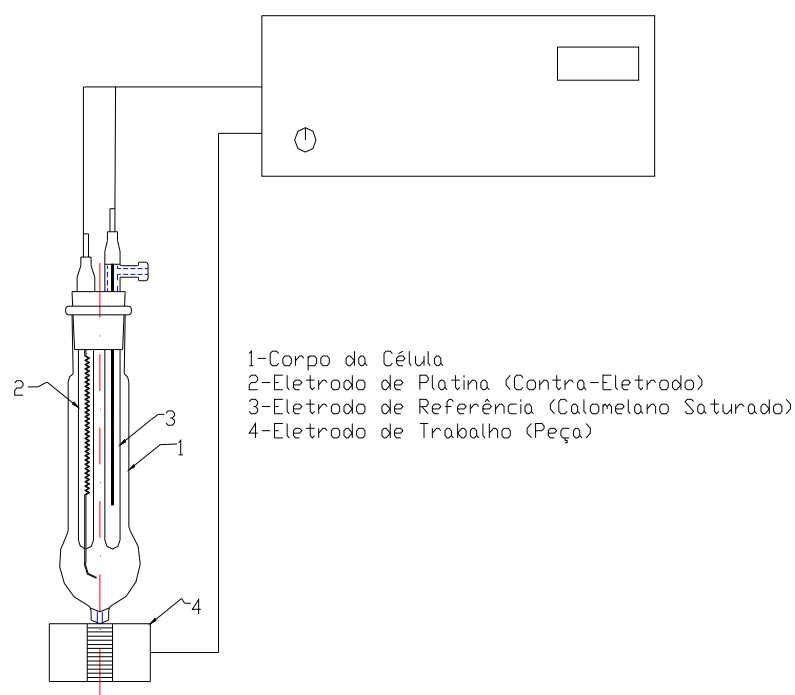


FIGURA 13 - Arranjo experimental para a execução do teste de corrosão intergranular.

3.2.7 Análise qualitativa da precipitação.

O estudo qualitativo da precipitação ocorrida na soldagem do material foi feito por intermédio de medidas de raios X, ensaios de PERC e metalografia, feita em MEV e microscópio ótico.

Para as medidas de difração de raios X, as amostras foram preparadas de tal forma que pudessem ser realizadas duas medidas em cada amostra (uma no metal de solda e uma na ZAC). Para tanto foi necessário cortar cada amostra em duas profundidades diferentes, de acordo com a localização das regiões de interesse. A FIGURA 14 melhor ilustra esse procedimento. Deve ser ressaltado que todas as medidas foram feitas utilizando-se os mesmos parâmetros descritos no Item 3.2.1.

Nos ensaios de PERC, procurou-se detectar a precipitação de carbonetos de cromo como resultado da sensitização. Todos os testes foram feitos segundo o item 3.2.6. A região escolhida para a realização das medidas foi a ZACTE, próxima a zona de ligação, região onde as maiores temperaturas foram atingidas durante a soldagem, ou seja, a região mais propícia à precipitação de compostos intermetálicos.

Já na metalografia, foram usados ataques seletivos com o intuito de se detectar alguns precipitados mais prováveis como carbonetos, nitretos e, eventualmente, fase σ . Os reagentes usados nos ataques seletivos foram: solução aquosa de ácido oxálico 10%,⁶⁷ solução aquosa de HNO_3 40%⁷² e Murakami (10g de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ + 10g KOH + 100ml de água).⁶⁷ Os dois primeiros foram feitos eletroliticamente, já o último, que visava atacar fase σ e a esta dá uma coloração azulada, foi feito a uma temperatura de 80°C, por aproximadamente, 8 min. Para o ataque com ácido oxálico foi usada uma tensão de 6V dc e tempos de ataque variando entre 6 e 60s. Este ataque visava revelar ou dissolver carbonetos, apesar de revelar fortemente fase σ . Já o ataque com HNO_3 , foi feito em duas etapas, na primeira, com o intuito de revelar interfaces e contornos de grão, foi usada uma tensão entre 1 e 1,2 V dc por 2 min e, na segunda, com o intuito de diferenciar a ferrita e as austenitas primária e secundária entre si, foi usada uma tensão entre 0,7 e 0,8, por aproximadamente 7 min, conforme metodologia descrita por Ramirez (2001)⁷² em sua tese de doutorado.

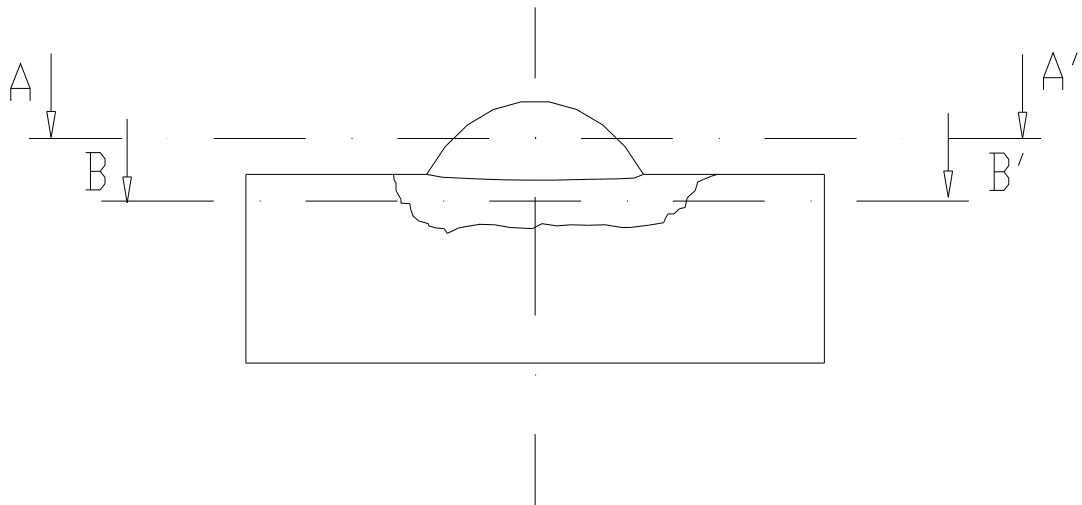


FIGURA 14 - Desenho mostrando as regiões de usinagem para as medidas de raios X.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente, este capítulo apresentará os resultados e as discussões acerca da quantificação volumétrica das fases por meio do uso de quatro técnicas diferentes – microscopia ótica, difração de raios X, análise magnética e EBSD. Deve ser ressaltado que nesta etapa de quantificação nenhuma outra fase, além da ferrita e austenita, foi considerada. Para o tratamento de outras fases, que não as citadas anteriormente, um estudo qualitativo acerca da precipitação de compostos intermetálicos será apresentado complementarmente no Item 4.6.

Uma outra parte do capítulo tratará da apresentação e discussão dos resultados dos testes de microdureza e corrosão intergranular com a finalidade de avaliar a influência da soldagem sobre uma propriedade mecânica e outra de resistência à corrosão.

4.1 Caracterização do material como recebido

As micrografias apresentadas na FIGURA 15 mostraram que o material foi recebido no estado solubilizado, consistindo em grãos lamelares de ferrita (fase escura) e austenita (fase clara) dispostos alternadamente. Nesta figura vemos micrografias nas três direções de interesse: direção de laminação (DL), transversal à direção de laminação e normal à direção de laminação.

A TABELA 9 apresenta a quantificação da fração volumétrica de ferrita nas três direções obtida por análise de imagens e a dureza média na direção transversal a DL. Por esta tabela, vemos que a composição química aliada ao tratamento termomecânico favoreceu uma microestrutura bem balanceada entre ferrita e austenita, tendo em vista que isto é um requisito necessário ao alto desempenho deste material. Já a TABELA 10, apresenta a quantidade de ferrita na direção transversal a DL obtidas por MO, difração de raios X, medidas magnéticas e EBSD.

A FIGURA 16 mostra o difratograma da medida de raios X da amostra no estado como recebido. Neste difratograma estão indexados as fases presentes e os planos de difração. Podemos observar que no material existem apenas ferrita e austenita, confirmando inequivocamente o que é apresentado nas micrografias da FIGURA 15.

TABELA 9 - Fração volumétrica de ferrita do material como-recebido obtida por MO.

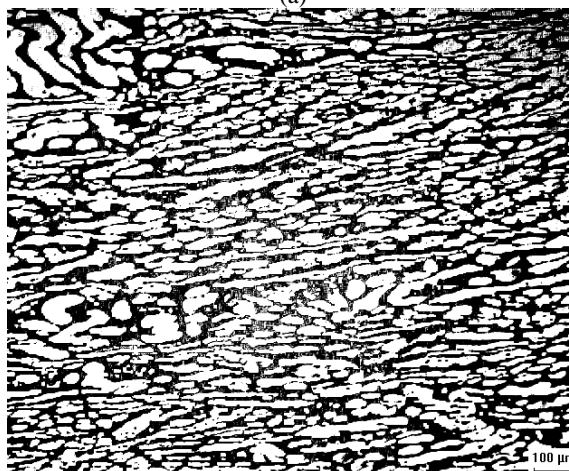
Material	DL	Transversal à DL	Normal à DL	Dureza (HV)
UNS S31803	52±1,7	47±1,4	45±2,7	233±8,4

TABELA 10 - Fração volumétrica de ferrita do material como-recebido obtida por MO, difração de raios X e EBSD.

Material	Quantidade de ferrita na direção transversal a DL			
	MO (%)	Raios X (%)	Magnetismo (%)	EBSD (%)
UNS S31803	47,0	45,0	39,0	44,5



(a)



(b)



(c)

FIGURA 15 - Micrografias do aço inoxidável duplex UNS S 31803 no estado como-recebido. a) DL b) transversal à DL e c) normal à DL. Ataque Behara modificado. 200X.

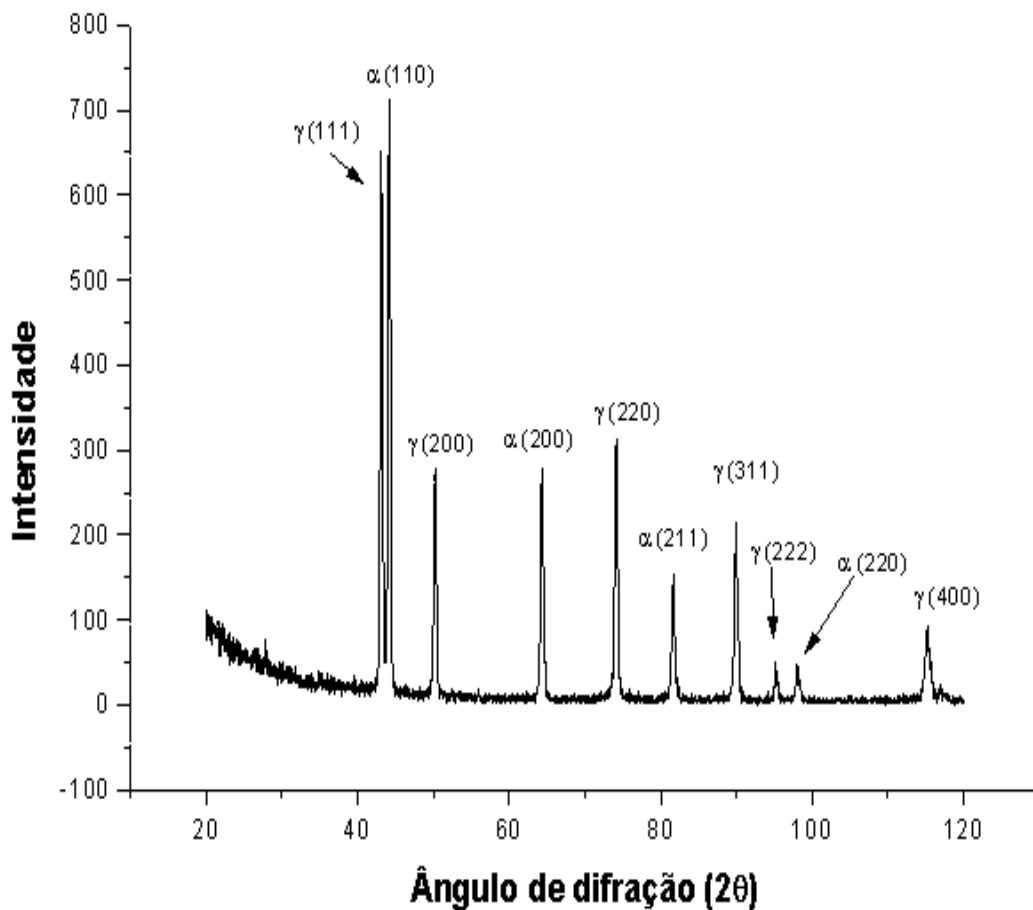


FIGURA 16 - Difratograma do aço inoxidável duplex UNS S 31803 no estado como-recebido.

4.2 Material soldado

A partir deste item serão apresentados todos os resultados e discussões a respeito do material em estudo (AID UNS S31803) na condição soldada. Primeiramente, será discorrido a respeito da quantificação da fração volumétrica das fases e das técnicas empregadas para tal fim. Posteriormente, testes de microdureza e de corrosão intergranular serão apresentados e discutidos. Por fim, um estudo qualitativo a respeito da precipitação de compostos intermetálicos será apresentado.

4.3 Quantificação de Fases

4.3.1 Considerações acerca da quantificação de Fases

Dada à importância do balanço de fases na microestrutura do AID, foi decidido pelo uso de várias técnicas de quantificação, aumentando a confiança nos resultados e,

posteriormente, comparar as técnicas. Desta forma, para a medição da fração volumétrica das fases, foram utilizadas, neste trabalho, quatro técnicas distintas. Foram elas: microscopia ótica, difração de raios X, análise magnética e EBSD (Electron Backscatter Diffraction).

De acordo com a TABELA 8, dez condições de soldagem diferentes foram aplicadas ao material. Estas condições foram concebidas de forma a poder analisar a influência da soldagem sobre o balanço de fases de cada corpo de prova, tendo-se como variáveis de processo dois pontos: energia de soldagem e meio de resfriamento. Assim, a TABELA 8 pôde gerar dois agrupamentos, um baseado na energia de soldagem (TABELA 11) e outro no meio de resfriamento (TABELA 12).

Pela análise das TABELAS 11 e 12, podemos notar a ausência das condições 9 e 10. Estas entraram no estudo num segundo momento, quando se decidiu analisar a influência da dimensão do corpo de prova sobre o balanço de fases. Maiores detalhes sobre os resultados nestas condições serão apresentados adiante.

Outro ponto considerado foi o número de amostras usadas na etapa de quantificação que foi escolhido de acordo com a técnica usada. Conforme descrição feita no Capítulo 3, sobre material e métodos, cada corpo de prova, referente a uma condição de soldagem diferente, foi dividido em cinco amostras úteis cortadas ao longo do cordão de solda (ver FIGURA 11). Assim, por ser a MO uma técnica mais prática e de fácil execução, três amostras de cada corpo de prova foram usadas. Estas amostras foram escolhidas em função da sua localização no corpo de prova, ou seja, foram submetidas à quantificação via MO uma amostra no início (BI), no meio (BIII) e no final (BV) da região interesse, totalizando 24 amostras. Para as condições extras 9 e 10 também foi utilizado o mesmo critério das anteriores. O fato de serem usadas três amostras para a microscopia ótica teve por objetivo observar o comportamento do balanço de fases ao longo do cordão de solda, pois como já foi dito a quantificação por esta técnica é rápida e de fácil reprodutibilidade. Para as demais técnicas, apenas uma amostra de cada condição foi escolhida, pois a MO comprovou que o comportamento do balanço de fases foi praticamente constante ao longo do cordão de solda.

TABELA 11 – Agrupamento considerando a influência da energia de soldagem.

Condição	Corrente (A)	Vel. de soldagem (cm/min)	Energia de soldagem (kJ/cm)	Meio de resfriamento	Pré-aquecimento
1	80	10	12	Ar	Não
2	80	20	6	Ar	Não
3	80	30	4	Ar	Não
4	120	10	18	Ar	Não
5	120	20	9	Ar	Não

TABELA 12 - Agrupamento considerando a influência do meio de resfriamento.

Condição	Corrente (A)	Vel. de soldagem (cm/min)	Energia de soldagem (kJ/cm)	Meio de resfriamento	Pré-aquecimento
5	120	20	9	Ar	Não
6	120	20	9	Ar	Sim/200°C
7	120	20	9	Água	Não
8	120	20	9	Óleo	Não

4.3.2 Via microscopia ótica

A quantificação feita por MO, usando o software de análise de imagens Image Pro-Plus, consiste do seguinte: de posse de uma imagem (micrografia) capturada em escala cinza, o software, baseado nas tonalidades vistas na micrografia, gera outra imagem atribuindo a esta duas cores diferentes. Em seguida, são calculadas as áreas ocupadas pelas duas cores correspondentes às duas fases. Assim, torna-se claro que quanto melhor for o contraste de fases da micrografia, mais confiável será o cálculo feito pelo software. De acordo com o que foi exposto no item 3.2.4, o melhor contraste entre as fases foi conseguido por meio de um ataque feito com reagente Behara modificado. A FIGURA 17 apresenta a micrografia de input na escala cinza e a figura gerada pelo software para quantificação. Na micrografia vista na FIGURA 17 (a) a fase escura corresponde a ferrita e clara corresponde a austenita. Nota-se que a qualidade da imagem de input (contraste entre as fases) proporcionou ao software gerar uma ótima imagem de reprodução (FIGURA 17 (b)) a ser usada no cálculo das áreas.

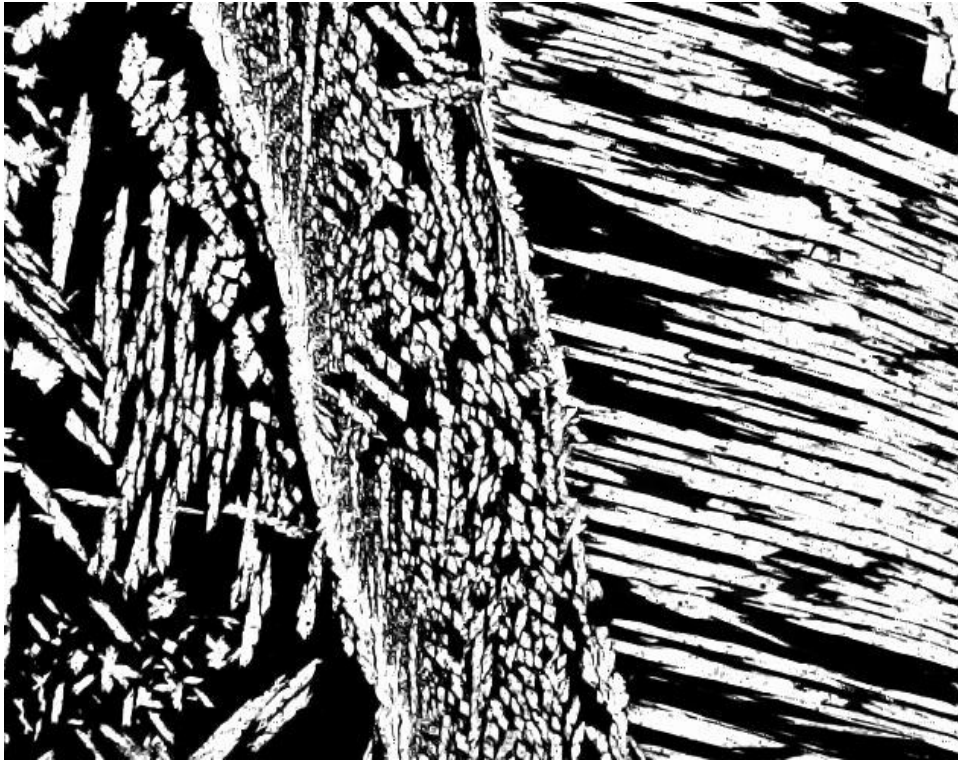
Como foi exposto no Item 4.3.1, três amostras de cada condição foram utilizadas para a quantificação (BI, BIII e BV). Em cada amostra foram tiradas seis fotos de cada região (MS, ZAC e MS), totalizando dezoito fotos por amostra. Em seguida foi calculada a quantidade média da ferrita, em cada região separadamente. Assim, para a geração dos

gráficos mostrados na FIGURA 18, utilizou-se a média das médias para cada região. A estes gráficos também foram anexados barras de erro com 95% de confiança.

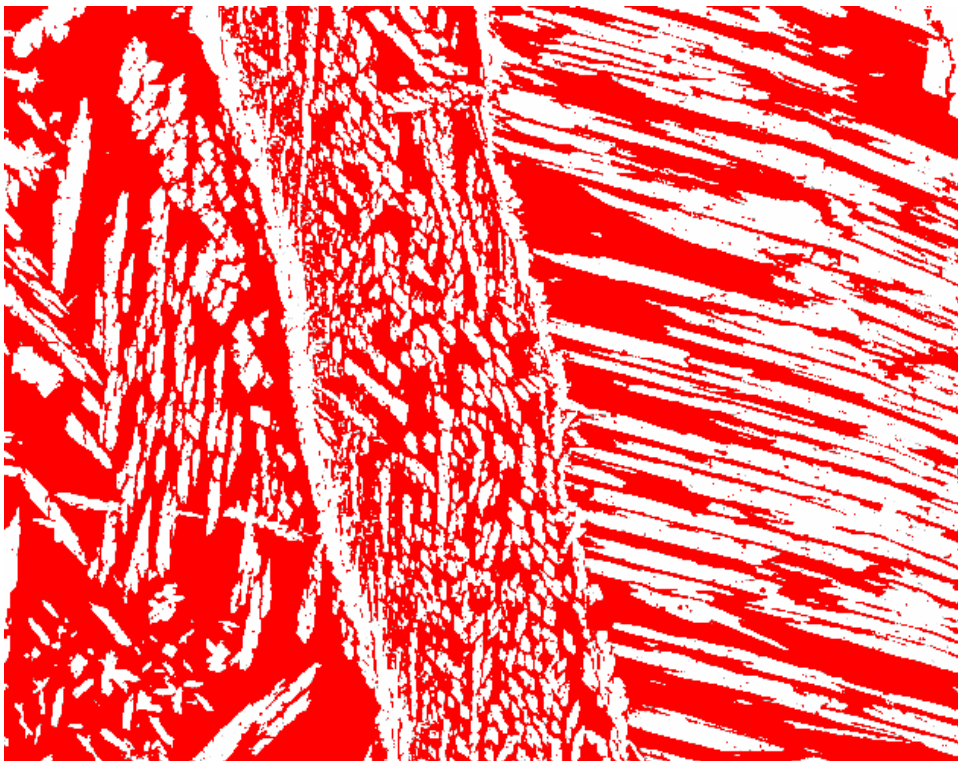
Os resultados da quantificação por MO são apresentados na FIGURA 18. Como estamos considerando apenas ferrita e austenita presentes na microestrutura do material, os gráficos mostram a quantidade de ferrita, sendo a de austenita o restante.

Em relação à FIGURA 18 (a), referente ao metal de base (MB), podemos perceber que a quantidade de ferrita das amostras soldadas variou entre 43 e 47%, pouco se afastando daquela das amostras na condição como recebido na direção transversal à DL (ver TABELA 9). Isso evidenciou a baixa influência da soldagem sobre o MB. Podemos afirmar com isso, que o aquecimento do MB durante a soldagem esteve situado dentro do campo bifásico ($\alpha+\gamma$), onde, segundo Atamert e King (1992)⁷³ a microestrutura, com respeito ao balanço de fases, permanece praticamente inalterada.

Já no MS (FIGURA 18 (b)) é possível observar que a fração volumétrica de ferrita variou sobre uma extensa faixa de valores, tornando clara a influência da energia de soldagem. Sendo assim, apenas alguns ajustes na energia de soldagem são suficientes para promover uma zona fundida mais rica ou não em ferrita. Além disso, vemos uma clara tendência de decréscimo da ferrita com a energia de soldagem. Esse fato já era esperado, pois à medida que se aumenta a energia de soldagem, diminui-se a velocidade de resfriamento, sendo justamente esse retardo no resfriamento o responsável pela nucleação e crescimento da austenita. No entanto, não somente a energia de soldagem interfere no balanço de fases do MS, mas também a composição química do metal de adição. Deve-se ressaltar que em todos os ensaios foram utilizados o mesmo tipo de eletrodo (conferir TABELA 7) com composição apropriada para produzir uma junta microestruturalmente balanceada.



(a)

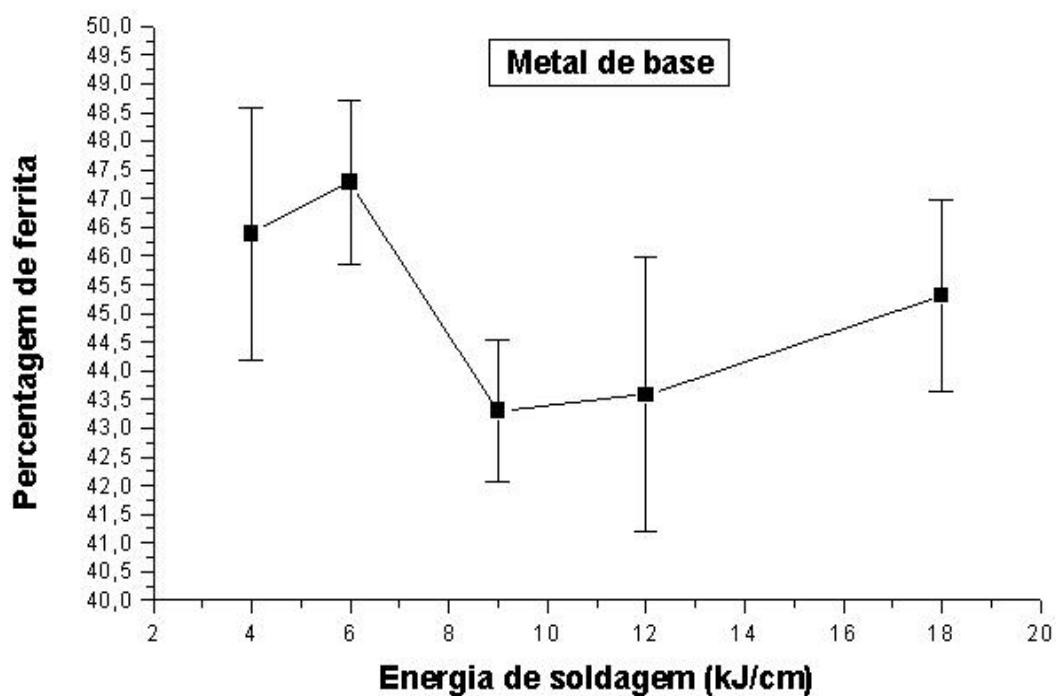


(b)

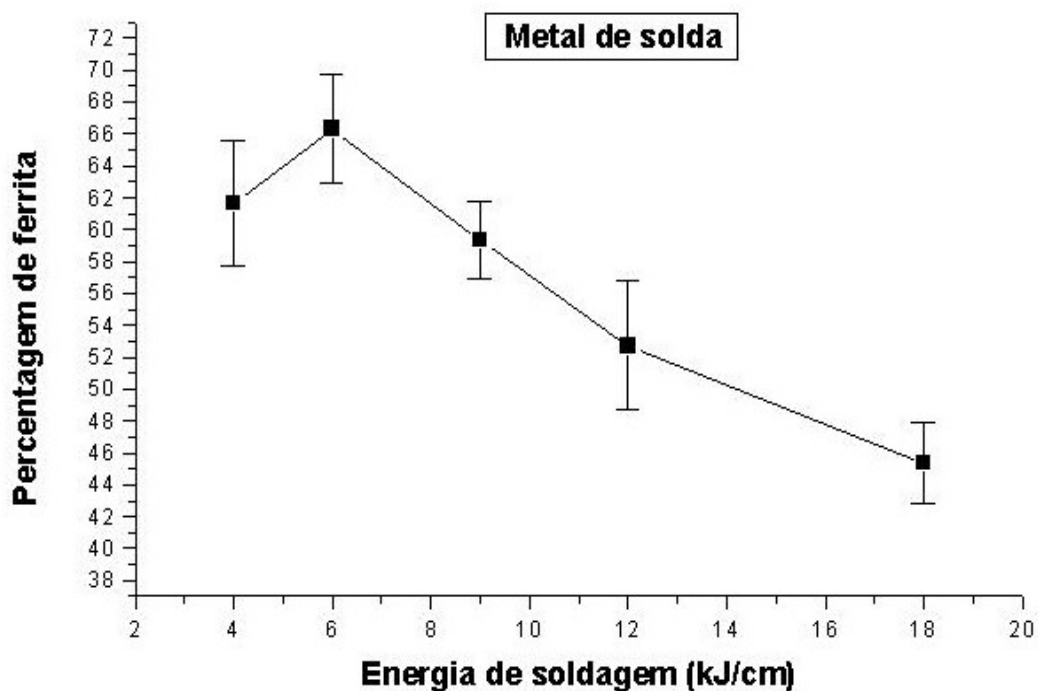
FIGURA 17 - Imagens exemplificando o processo de quantificação por análise de imagens. Em (a) micrografia de input obtida com ataque Behara modificado (em escala cinza) e em (b) imagens gerada pelo software de análise de imagens Image Pro-Plus.

Em relação à ZAC (FIGURA 18 (c)), todas as medidas foram feitas tendo a zona de crescimento de grão ferrítico, próximas à zona de ligação (ZACTE), como referência. Deve-se ressaltar que algumas quantificações também sofreram a influência da ZACTB, principalmente as amostras soldadas com baixas energias de soldagem (4 e 6 kJ/cm). Metalurgicamente o que acontece é o seguinte: o calor proveniente da soldagem durante o aquecimento levará a região adjacente à zona fundida (ZACTE) ao campo ferrítico, logo em seguida, inicia-se o resfriamento que pode ser longo ou rápido. Durante esse resfriamento ocorrerão diversos fenômenos metalúrgicos, inclusive a precipitação da fase austenítica, sendo esta mais intensa para tempos de resfriamentos mais longos e menos intensa para tempos mais curtos. Podemos perceber pela FIGURA 18 (c) um comportamento semelhante ao observado no MS (FIGURA 18 (b)), porém para as duas maiores energias testadas (12 e 18 kJ/cm) ocorreu um aumento da fração volumétrica de ferrita de 58 para 60% e, por fim, para 62%. Primeiramente, podemos observar um aumento, seguida de uma queda complementada por um aumento da quantidade de ferrita. O aumento observado no primeiro trecho pode ser explicado pelo fato de que a energia de soldagem de 4 kJ/cm foi tão baixa que não foi capaz de promover uma intensa dissolução da austenita primária, fazendo com que a ZAC das amostras soldadas com essa energia tivesse mais austenita (ou menos ferrita) que as amostras soldadas com energia de 6 kJ/cm. A partir de 6 até 9 kJ/cm temos uma queda da fração volumétrica da ferrita, pois a medida que se aumenta a energia de soldagem, diminui-se a velocidade de resfriamento de forma que haja mais tempo para que a transformação ferrita-austenita se proceda. O aumento que ocorreu entre 9 e 18 kJ/cm pode ser explicado pelo fato da área de exposição ao campo ferrítico para as amostras soldadas com energia de 12 e 18 kJ/cm foi maior que as das soldadas com energia de 9 kJ/cm. Esse crescimento de grãos da ZACTE para amostras soldadas com alta energia também explica, segundo Jana (1992),⁷⁴ os baixos valores de tenacidade obtidos em seu trabalho. Isso pode ser comprovado pela FIGURA 19 que mostra a extensão da ZACTE para as energias de soldagem de 9 e 18 kJ/cm respectivamente. Outra possível explicação para o aumento observado no último trecho da ZAC é a influência da ZACTB sobre a quantificação. Todas as imagens usadas na quantificação das frações volumétricas de ferrita foram adquiridas com um aumento de 200X. Com este aumento as áreas das imagens capturadas para as amostras soldadas com energia de 12 e 18 kJ/cm estavam quase totalmente localizadas na zona de crescimento de grãos ferríticos, ou seja, na ZACTE. Isso proporcionou uma alta fração volumétrica de ferrita para a soldagem com as energias de 12 e 18 kJ/cm. Já para as amostras soldadas com energia menores ou iguais a 9 kJ/mm, as áreas das imagens capturadas para quantificação abrangeram

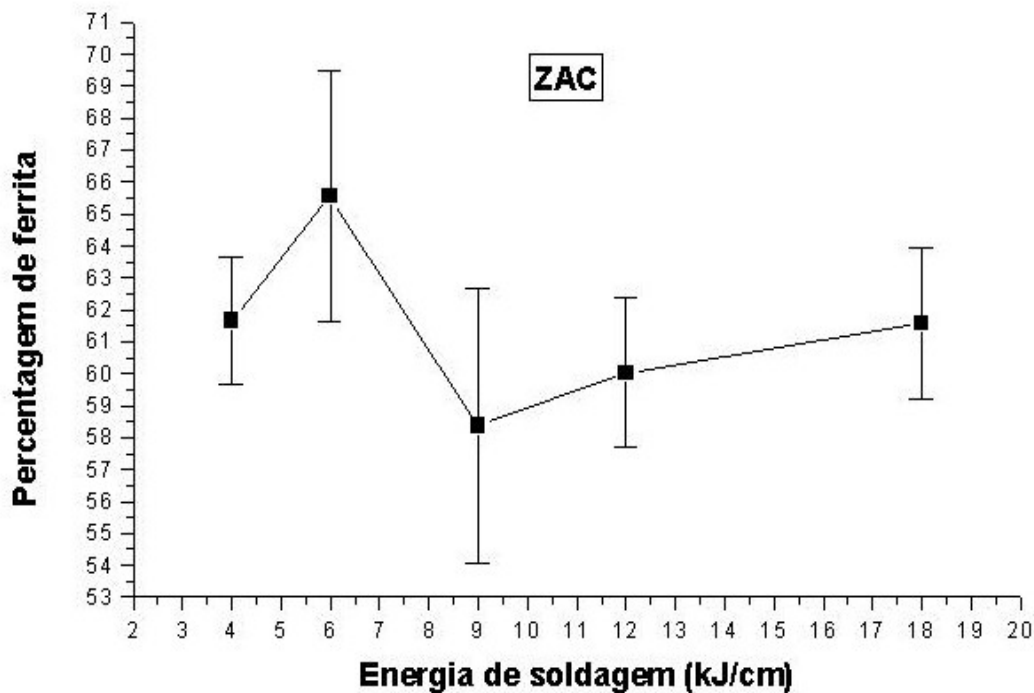
grandes porções da ZACTB, fazendo com que a fração volumétrica de ferrita acompanhasse a tendência do trecho anterior. Apesar dos comentários feitos neste parágrafo a cerca da ZAC, pode-se dizer que, estatisticamente, não há um comportamento bem definido, como o que houve para o MS, tendo em vista as dispersões calculadas para esta região.



(a)

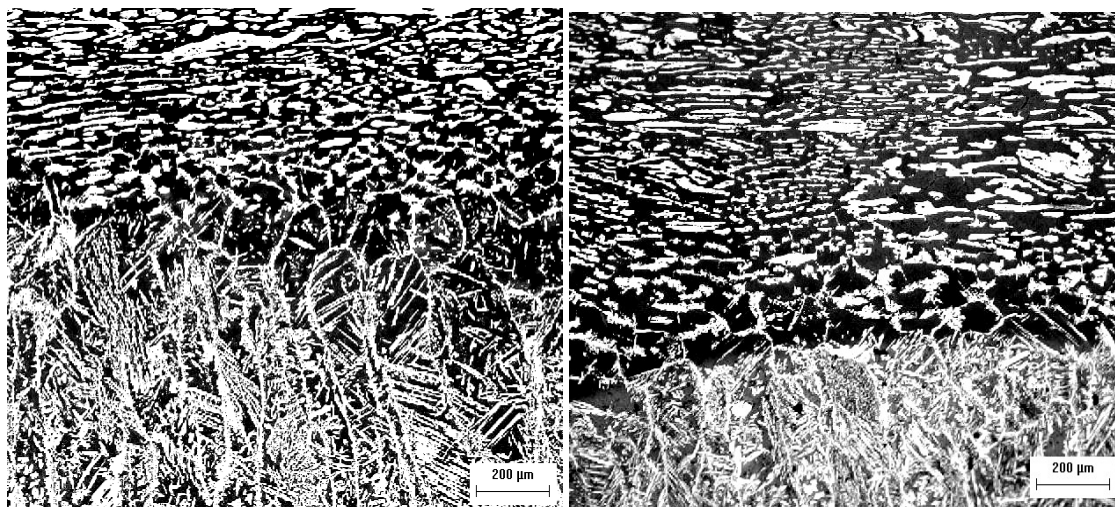


(b)



(c)

FIGURA 18 - Gráfico variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem. Em (a) referente ao metal de base, em (b) referente à ZAC e em (c) referente ao metal de solda.



(a)

(b)

FIGURA 19 - Micrografias mostrando que o crescimento de grãos ferríticos da ZACTE foi muito mais intenso para (a) amostras soldadas com energia de 9 kJ/cm que (b) as soldadas com energia 18 kJ/cm.

A FIGURA 20 (a) apresenta um gráfico da fração volumétrica de ferrita em função de duas velocidades de resfriamento diferentes, correspondentes às condições 5 e 6. Nesta podemos notar que a fração volumétrica de ferrita permanece praticamente inalterada. Esse fato foi contrário às expectativas, tendo em vista que um retardo na velocidade de resfriamento promove uma junta mais rica em austenita, ou seja, era esperado que a fração

volumétrica de ferrita caísse da condição 5 para a 6, algo que não aconteceu. A explicação para este fato é a seguinte: a energia de soldagem aplicada ao corpo de prova (9 kJ/cm) produziu um aquecimento, logo no início do cordão, suficiente para eliminar a influência dos dois regimes de resfriamentos distintos considerados – ar calmo na condição 5 e pré aquecimento seguido de resfriamento ao ar calmo na condição 6. O aquecimento proporcionado pela energia empregada na soldagem destas duas condições só foi suficiente para anular o efeito dos regimes de resfriamentos devido à pequena largura do corpo de prova empregado (40 mm). Para estes corpos de prova foi medida a temperatura após a soldagem e observou-se que esta temperatura esteve na ordem de 320°C. Apesar da zona fundida e da ZACTE experimentarem temperaturas superiores a da linha solvus da ferrita, o tempo nestas temperaturas não foi suficiente para produzir variações no balanço de fases das condições 5 e 6. Segundo o diagrama mostrado na FIGURA 5, 320°C encontra-se dentro do campo bifásico ($\alpha+\gamma$), permanecendo o balanço de fases praticamente constante. Giraldo (2001 apud HORVART et al, 1995) ⁷⁵ comprovaram isso, quando da aplicação de ciclos térmicos a um AID entre as temperaturas de 20 e 900°C constataram que a fração volumétrica e a estrutura dos grãos de ferrita e austenita permaneceram praticamente inalterados. Para consolidar, Atamert e King (1992) ⁷³ afirmaram que quando o metal é aquecido dentro do campo bifásico ($\alpha+\gamma$) sua microestrutura com respeito ao balanço de fases fica praticamente constante. Ainda em relação ao meio de resfriamento, a FIGURA 21 mostrou que não há variação da fração volumétrica de ferrita mesmo aplicando-se meios totalmente distintos (ar calmo, óleo e água).

Para comprovar a explicação feita no parágrafo anterior, decidiu-se pela inclusão de mais duas condições de soldagens extras, foram elas condições 9 e 10 citadas no Item 3.2.2. Através destas duas condições extras e das justificativas feitas no parágrafo anterior foi possível realmente comprovar que as dimensões do corpo de prova tiveram influência mais forte que o meio de resfriamento. A idéia era manter os mesmos parâmetros de soldagem do agrupamento considerando o efeito do meio de resfriamento (ver TABELA 12), ou seja, 9 kJ/cm, alterando-se apenas a largura do corpo de prova de 40 para 100 mm. A FIGURA 20 (b) apresenta o gráfico da variação da quantidade de ferrita para as condições 9 e 10. Nesta, como já era esperado, foi possível constatar a natureza descendente do gráfico.

É possível acrescentar ainda que a influência do aumento da largura do corpo de prova sobre a velocidade de resfriamento pode ser comparada à influência que uma baixa energia soldagem exerce sobre a velocidade de resfriamento. Isso pode ser comprovado quando se comparou a condição que produziu maiores quantidades de ferrita, condição 3 (devido sua baixa energia de soldagem), com a condição 9 (maior largura de corpo de prova –

100 mm). Podemos notar que as quantidades de ferrita, principalmente, para a ZAC e MS são praticamente as mesmas. São estas: 66% para o MS e 66% para a ZAC (na condição 2) contra 67% para o MS e 66% para a ZAC (condição 9). Com isso concluímos que a largura do corpo de prova exerce uma influência tão forte sobre o balanço de fases quanto a energia de soldagem.

A FIGURA 22 apresenta um gráfico da quantidade de ferrita em função da posição da amostra no cordão de solda. Neste gráfico podemos notar que o balanço de fases para o MB, ZAC e MS permanecem, considerando as barras de erro, inalterados. O comportamento para a ZAC e MS é semelhante mantendo-se constante no primeiro trecho (BI a BIII), seguido de um leve aumento no último trecho (BIII a BV) de 1% para a ZAC e 4% para o MS. Considerando esta pequena faixa de variação, podemos dizer que o balanço de fases é praticamente constante em função da posição da amostra ao longo do corpo de prova. Este fato nos dá liberdade e segurança para escolher a partir deste ponto apenas uma amostra de cada condição para a quantificação através das demais técnicas.

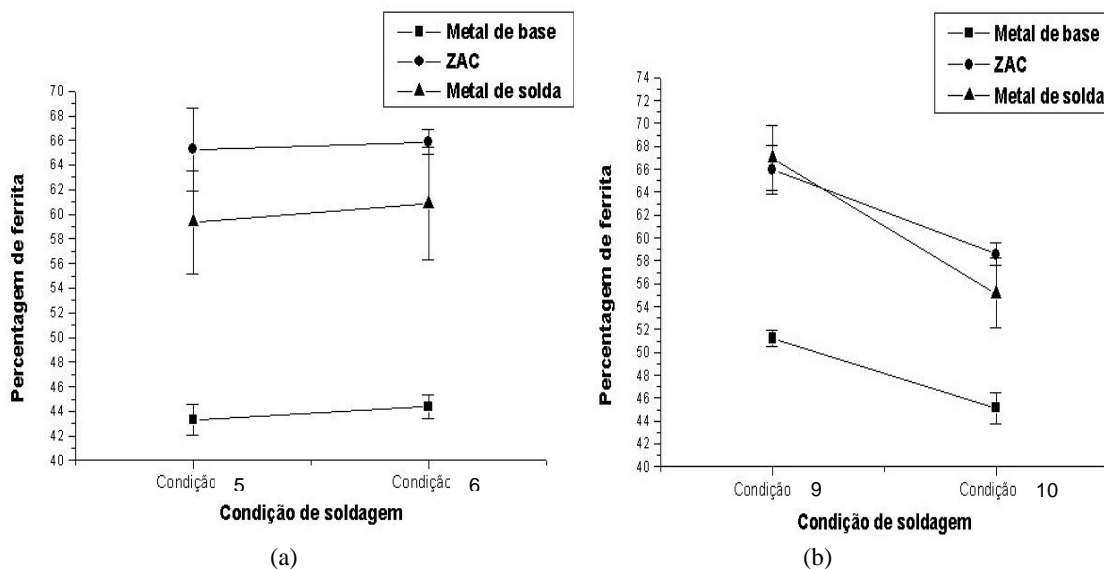


FIGURA 20 - Gráfico da quantidade de ferrita para as condições (a) 5 e 6 e (b) 9 e 10.

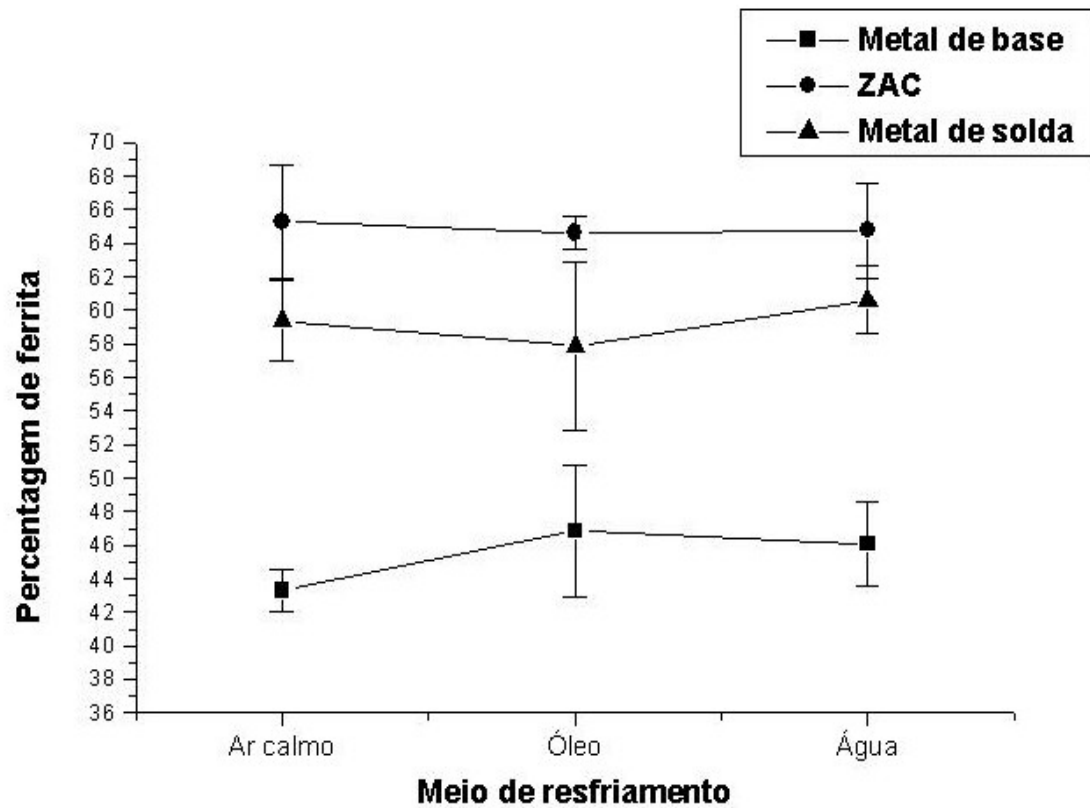


FIGURA 21 - Gráfico da quantidade de ferrita em função do meio de resfriamento.

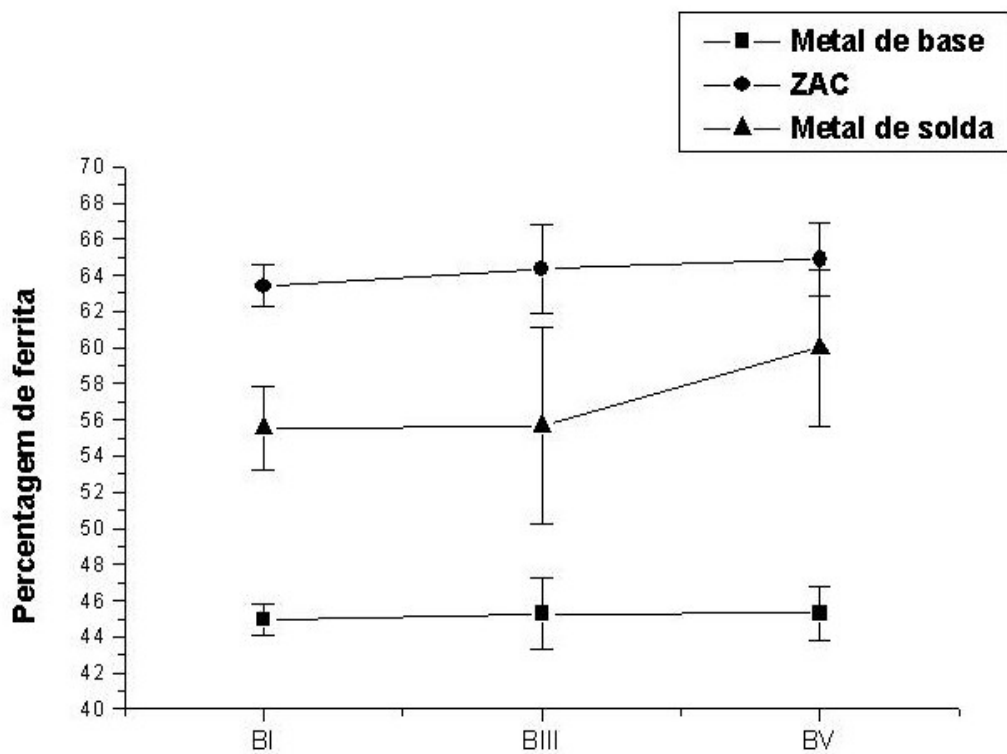


FIGURA 22 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da posição da amostra ao longo do cordão de solda.

4.3.3 Via Difração de raios X

Tendo em vista a não influência do meio de resfriamento sobre o balanço de fases, comentada no item anterior, a quantificação da fração volumétrica das fases via difração de raios X aplicar-se-á somente ao agrupamento considerando a variação da energia de soldagem, conforme é mostrado na TABELA 11. Outra consideração a ser feita é a utilização de apenas uma amostra por condição de soldagem para a medição via difração de raios X. Isto pode ser feito tendo em vista a discussão feita baseada na FIGURA 22 sobre a manutenção da quantidade de ferrita em relação à posição da amostra ao longo do cordão de solda.

De acordo com o que foi comentado no Item 3.2.4 foi necessária a utilização de um software de ajuste dos picos, sendo este responsável por determinar o posição angular exata dos picos de ferrita e austenita, assim como de outras fases precipitadas, caso estas ocorressem. Neste trabalho o software utilizado para tal fim foi o Profit. A estratégia foi a seguinte: para a etapa de quantificação foram ajustados apenas picos de ferrita e austenita, desconsiderando-se todo e qualquer pico correspondente à outra fase que por ventura viesse a aparecer. Já para a etapa de qualificação dos precipitados (Item 4.6) ajustaram-se os picos de ferrita e austenita acrescentados de outros picos que poderiam ser de compostos intermetálicos. Neste item iremos nos concentrar apenas no ajuste necessário a quantificação da fração volumétrica de ferrita e austenita.

A FIGURA 23 apresenta a seqüência de procedimentos feitos por intermédio do Profit. A título de exemplo, esta figura se refere à medida feita no MS da amostra 2BIII. De posse do difratograma oriundo da medida, o software Profit determinava todos os picos desde os mais intensos até os menos significativos (ver FIGURA 23 (a)). Em seguida, através de uma seleção (feita pelo o operador) baseada na intensidade do pico e na posição angular padrão da ferrita e austenita, para cada pico do difratograma escolhia-se um ângulo, este correspondente a ferrita ou austenita. Os demais picos excedentes eram descartados. A mesma figura traz uma ampliação dos picos determinados pelo Profit ao redor de 90° . Nesta podemos notar que o Profit determinou cinco picos ao redor de 90° . Com base no banco de dados contido no software PCPDFwin e na intensidade do pico mostrado no difratograma, foi selecionado o ângulo de $90,2^\circ$ como sendo o ângulo de difração correspondente a um pico de austenita. Os demais picos vistos na ampliação foram descartados. Depois de feito este trabalho de seleção para todos os picos do difratograma, o mesmo era submetido a um ajuste por intermédio de uma função matemática Pseudo-Voight. O resultado disso é um difratograma ajustado e refinado considerando somente ferrita e austenita. Isso pode ser visto

na FIGURA 23 (b) que traz também uma ampliação do mesmo pico visto na FIGURA 23 (a), mostrando agora apenas pico de austenita em $90,2^\circ$.

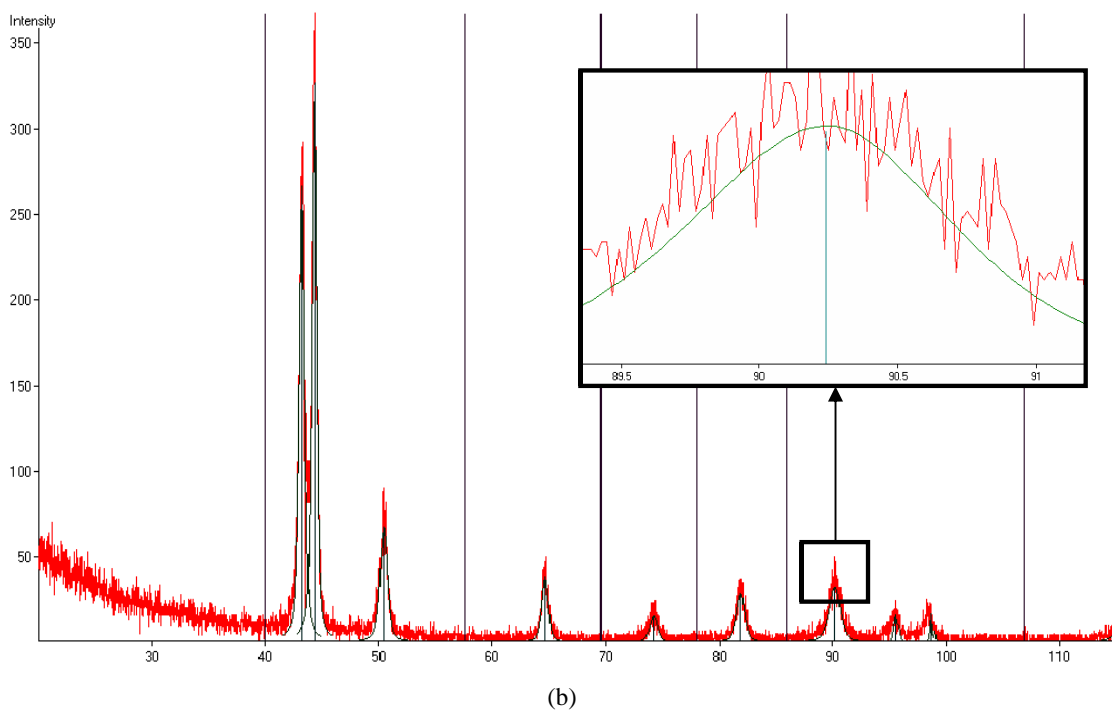
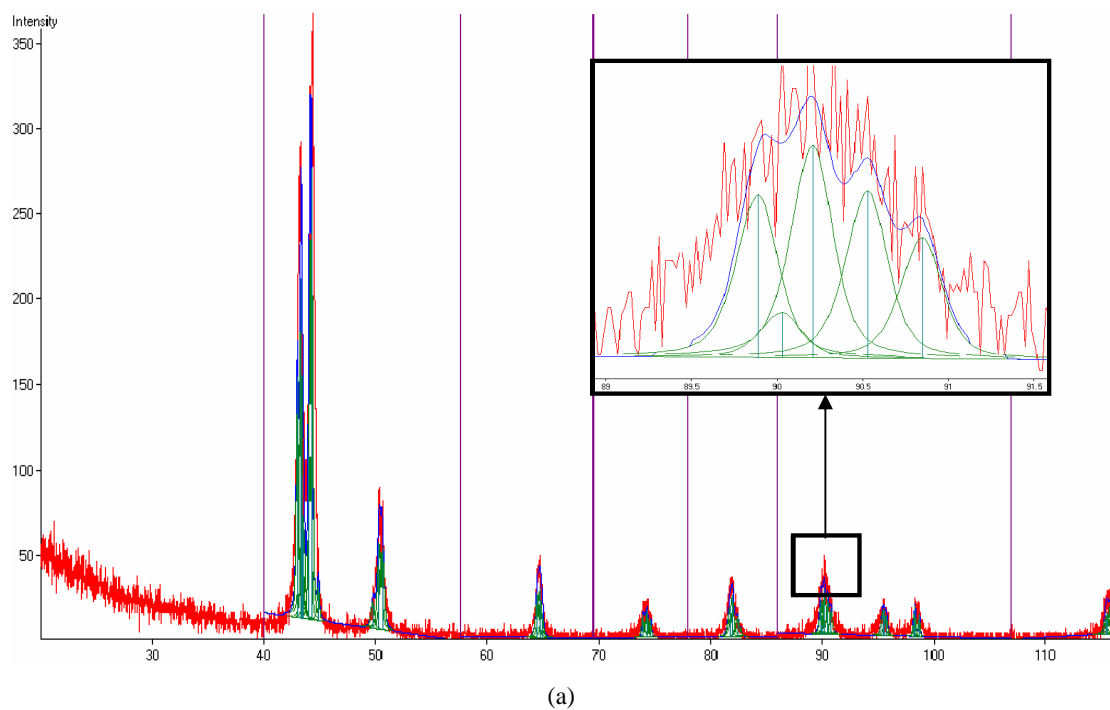


FIGURA 23 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 2BIII. Em (a) obtenção dos picos pelo software Profit e ampliação mostrando cinco picos ao redor de 90° , em (b) difratograma da medida após o refinamento e ampliação mostrando apenas o pico de austenita em $90,2^\circ$ gerado após o ajuste.

As FIGURAS 24 a 28 apresentam os difratogramas aos quais foram baseadas as quantificações para o metal de solda. Cada difratograma corresponde a uma condição contida na TABELA 11. Assim, as amostras escolhidas para a aplicação de tal técnica foram: 1BV, 2BIII, 3BI, 4BV e 5BII.

É importante notar que em todos os difratogramas existem somente picos característicos de ferrita e austenita, porém com diferentes intensidades, ou alturas de pico. São justamente essas diferenças nas alturas dos picos que determinarão diferentes balanços α/γ dependendo da condição de soldagem. Depois de devidamente ajustados, os difratogramas estão apropriados para fornecer as informações necessárias ao cálculo das frações volumétricas.

Baseado nos resultados de difração de raios X, a FIGURA 29 apresenta um gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS das amostras citadas. Pode-se perceber que o gráfico nesta figura é coerente com o apresentado na FIGURA 18 (b), a exceção do último trecho (de 12 para 18 kJ/cm). Porém, nota-se que esta não concordância está dentro da margem de erro da FIGURA 18 (b). Se forem comparadas as mesmas amostras submetidas à quantificação via difração de raios X e MO, percebe-se que a concordância nos resultados é ainda maior (ver TABELA 13).

Já para ZAC a quantificação via difração de raios X não foi tão eficiente quanto para o MS. Isso pode ser visto pela TABELA 14 que compara as duas técnicas. Nas amostras 1BV, 3BI e 4BV pode-se perceber que a diferença entre os resultados fornecidos pelas duas técnicas é muito grande. Porém, para o metal de base tem-se os seguintes valores: 48, 45 e 42% para as amostras 1BV, 3BI e 4BV respectivamente. Portanto, é provável que as medidas para estas amostras já estivessem sendo feitas no MB e não na ZAC como desejado. Deve-se lembrar que essa possibilidade é bastante fácil de ocorrer, tendo em vista que as amostras submetidas à difração de raios X foram usinadas conforme a FIGURA 14. Já para as amostras 2BIII e 5BII, qualidade da medida (difratograma) pode ter interferido no resultado, tendo em vista o excesso de ruído nos difratogramas referentes a estas amostras.

TABELA 13 - Comparação entre os MS das mesmas amostras submetidas à quantificação por raios X e MO.

Amostra	Porcentagem de ferrita	
	Microscopia ótica	Difração de Raios X
1BV	45	44
2BIII	66	63
3BI	54	56
4BV	48	46
5BII	59 ^(*)	61

(*) De acordo com o que foi explicado no Item 3.2.4 a amostra não foi quantificada, portanto este valor corresponde ao ponto referente a energia de 9 kJ/cm mostrado no gráfico da Figura 18 (b).

TABELA 14 - Comparação entre as ZACs das mesmas amostras submetidas à quantificação por raios X e MO.

Amostra	Porcentagem de ferrita	
	Microscopia ótica	Difração de Raios X
1BV	64	47
2BIII	59	33
3BI	58	40
4BV	64	51
5BII ^(*)	58	22

(*) De acordo com o que foi explicado no Item 3.2.4 a amostra não foi quantificada, portanto este valor corresponde ao ponto referente a energia de 9 kJ/cm mostrado no gráfico da Figura 18 (b).

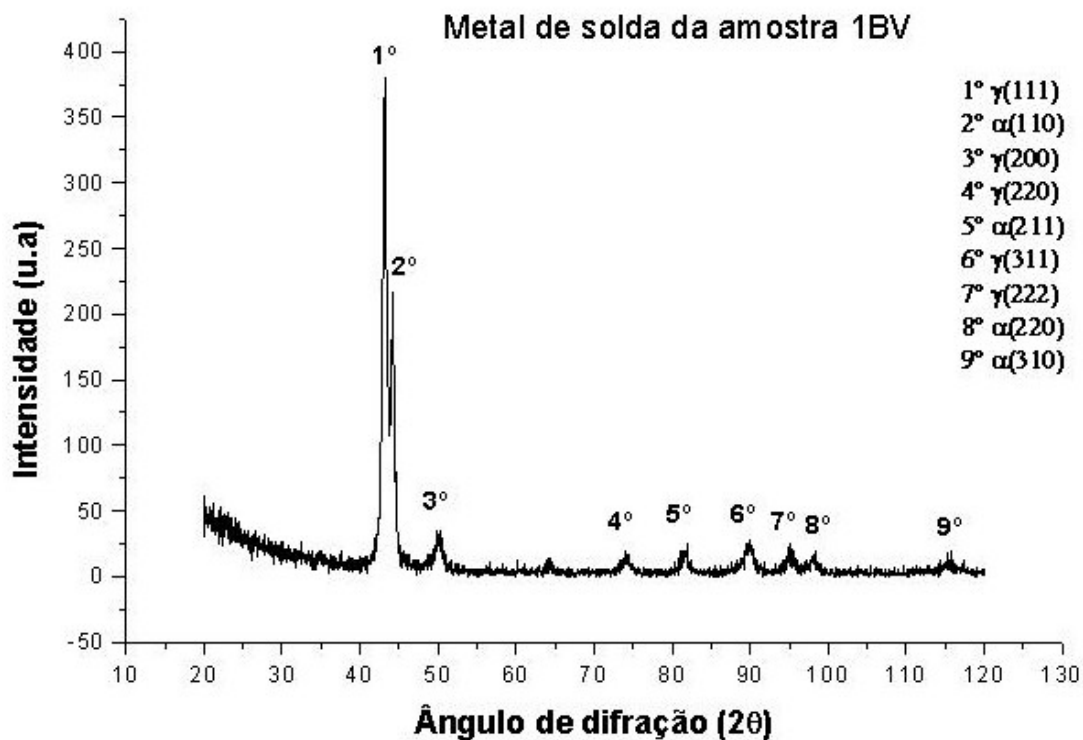


FIGURA 24 - Difratograma da medida feita no metal de solda da amostra 1BV.

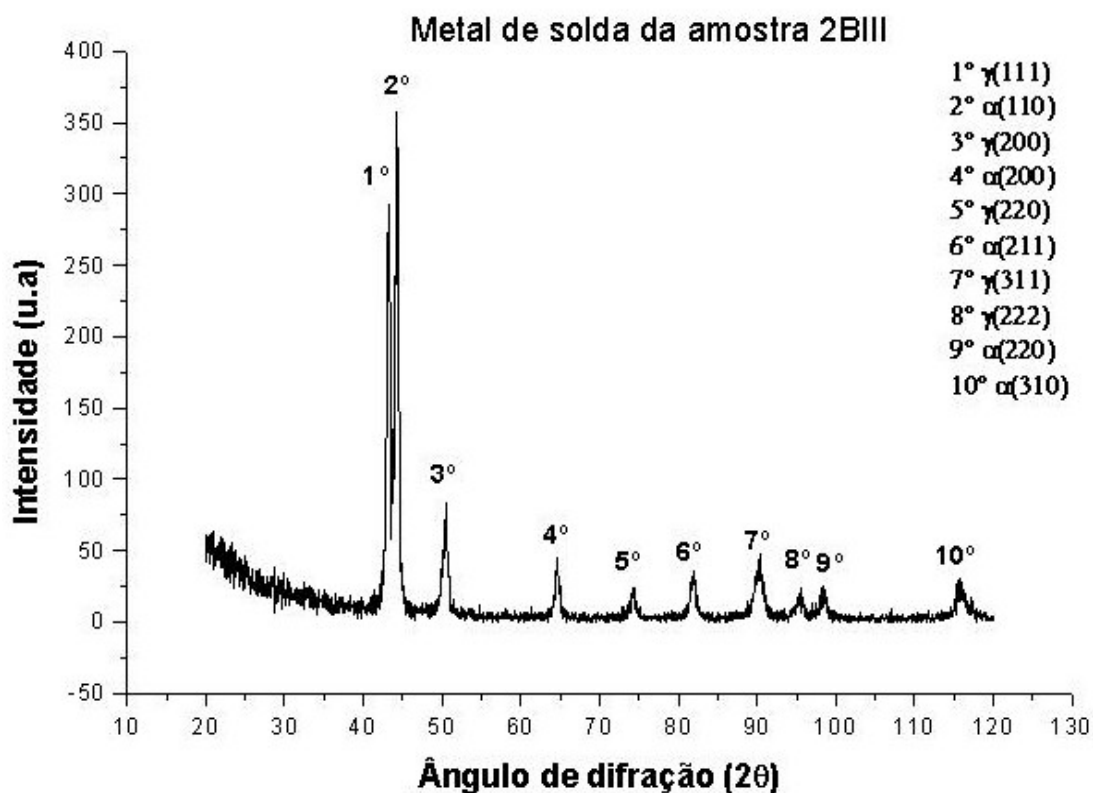


FIGURA 25 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 2BIII.

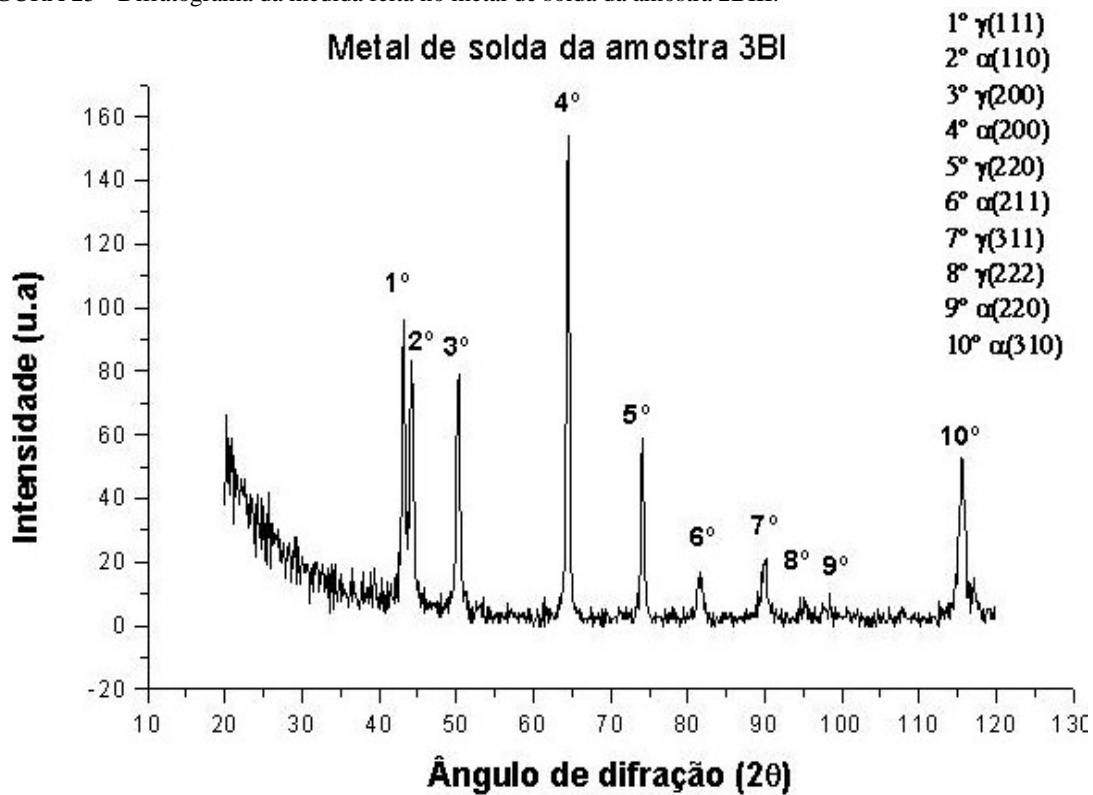


FIGURA 26 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 3BI.

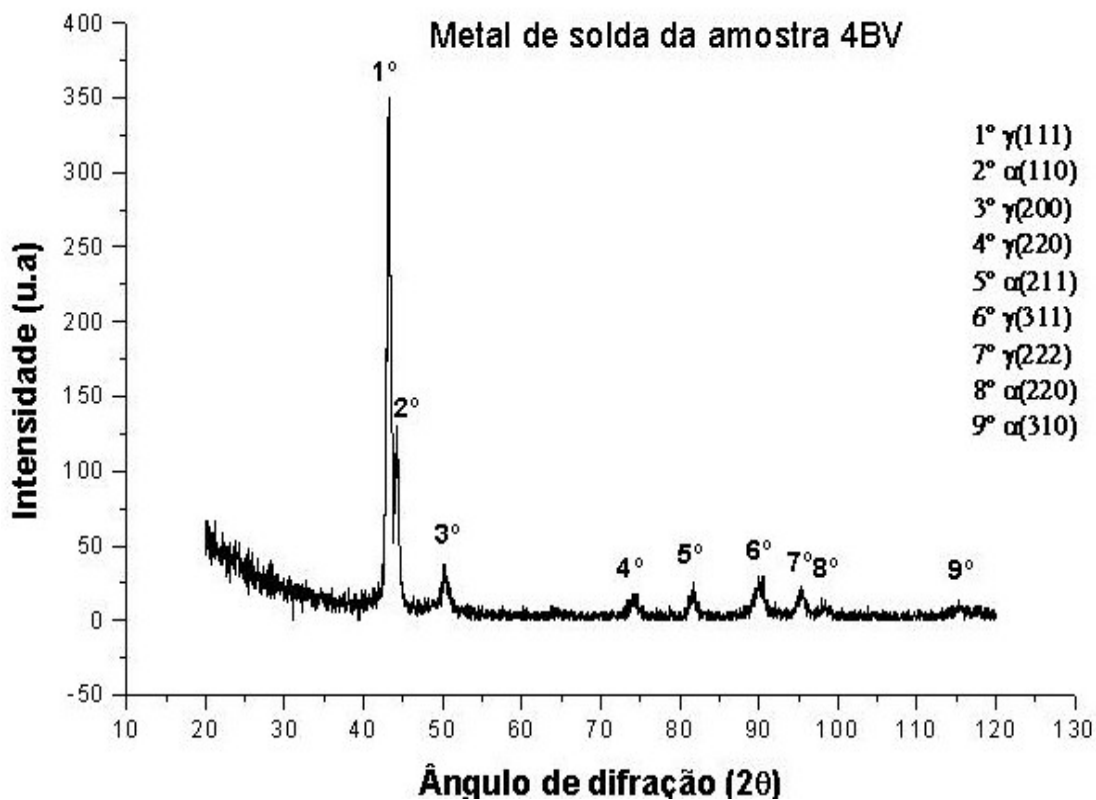


FIGURA 27 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 4BV.

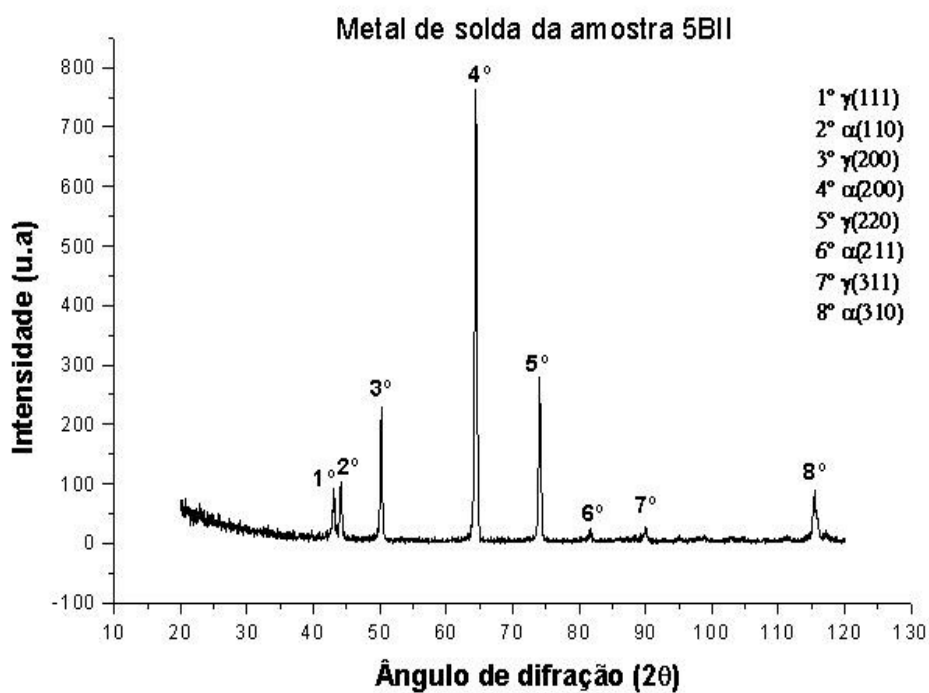


FIGURA 28 - Difratoograma da medida feita no metal de solda da amostra 5BII.

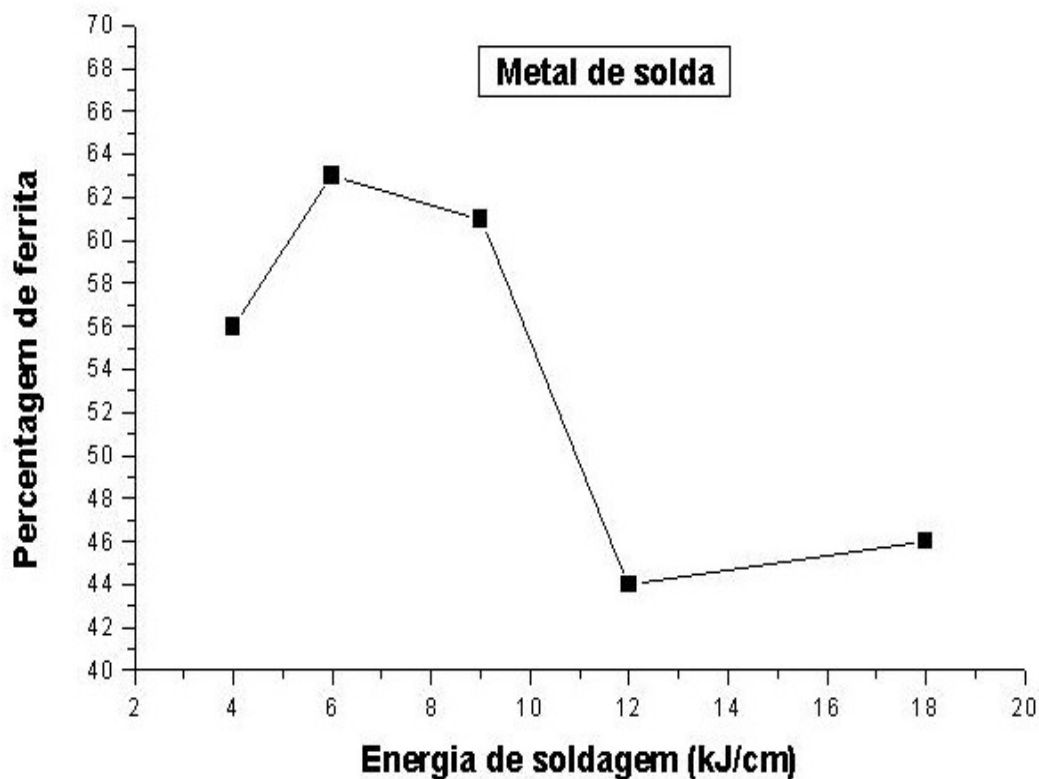


FIGURA 29 - Gráfico da variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS das amostras 1BV, 2BIII, 3BI, 4BV e 5BII obtidos por difração de raios X.

4.3.4 Via análise magnética

As amostras submetidas às análises magnéticas foram 1BII, 2BII, 3BII, 4BII e 5BII. A FIGURA 30 apresenta um gráfico da variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem. Nesta figura é possível observar que o MS acompanhou a mesma tendência que as demais técnicas de quantificação. Para a ZAC e MB o comportamento foi bem semelhante. A explicação para tal fato foi a seguinte: de acordo com o que foi comentado no Item 3.2.4, as amostras usadas nos experimentos magnéticos eram discos com aproximadamente 3 mm de diâmetro e 0,3 mm de espessuras. Tanto para o MS quanto para o MB era certo que estes discos realmente pertenciam a estas regiões, porém para a ZAC, grande parte dos discos sofreu interferência do MB, ou seja, estas amostras eram compostas tanto pela microestrutura da ZAC quanto da referente ao MB. Apesar do comportamento para as duas regiões (ZAC e MB) ser semelhante, houve um deslocamento da curva da ZAC, em relação ao MB para cima. Isto aconteceu justamente pelo fato da microestrutura dos discos referentes a ZAC ser composta pela própria ZAC adicionada a MB. Estes discretos aumentos corroboram com os resultados de fração volumétrica obtidos pelas demais técnicas.

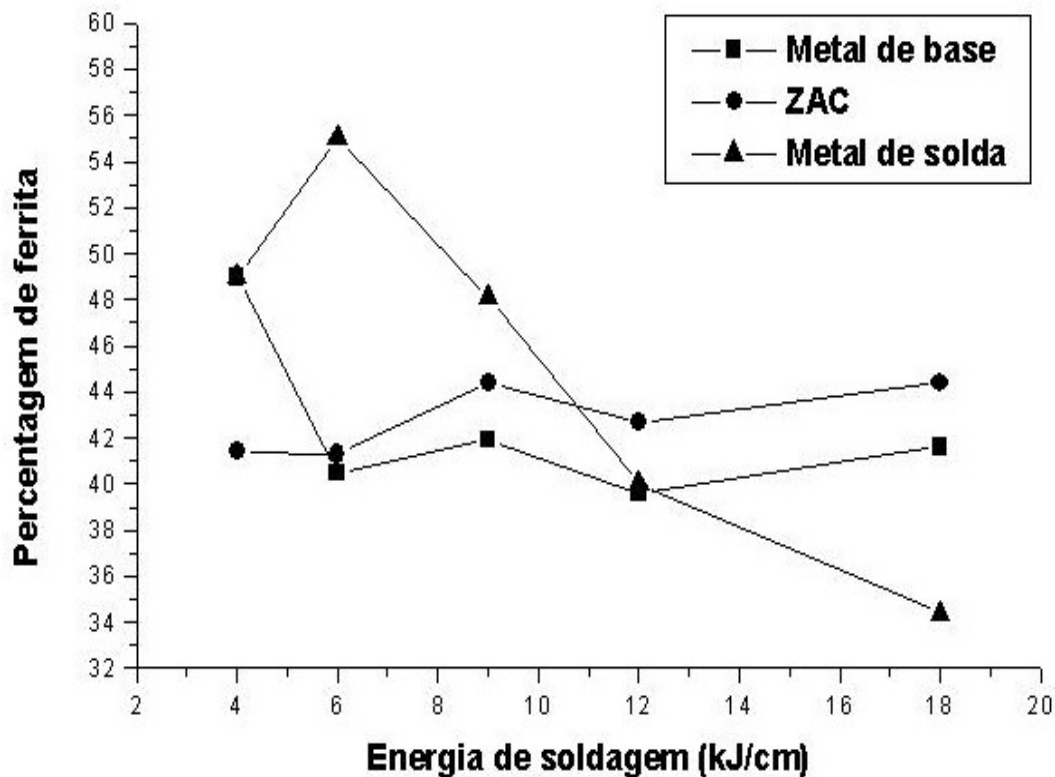


FIGURA 30 - Gráfico da variação da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para as amostras 1BII, 2BII, 3BII, 4BII e 5BII obtidos por medidas magnéticas.

4.3.5 Via EBSD

Como descrito no Item 3.2.4 amostras correspondente às condições de soldagem de 1 a 5 foram preparadas para quantificação pela técnica de EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Deve ser ressaltado que todas as aquisições foram feitas com um aumento de 500X.

O gráfico da FIGURA 31 mostra a fração volumétrica de ferrita em função da energia de soldagem para as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII. Pela figura é possível notar que o comportamento para o MS e ZAC foi o mesmo que o obtido por MO conforme as FIGURAS 18 (b) e (c), significando que ambas as técnicas confirmaram a tendência esperada para a variação da fração volumétrica de ferrita com a energia de soldagem.

Deve-se chamar atenção para o fato de que todas as amostras que foram submetidas à técnica de EBSD também foram quantificadas por MO. Assim sendo, ao se compararem os valores obtidos pelas duas técnicas, convém fazer alguns comentários. De acordo com a TABELA 15, percebe-se, para a ZAC, uma larga diferença entre os valores obtidos pelas duas técnicas. Para ZAC destas amostras todas, exceto a amostra 4BIII,

encontram-se fora da margem de erro vista na FIGURA 18 (c). Uma possível causa para esta discrepância está no fato de que para as mesmas amostras, locais diferentes foram escolhidos para as quantificações. Isso pode ser visto na FIGURA 32 que exemplifica as regiões em que foram procedidas as quantificações por MO e EBSD para a ZAC da amostra 5BIII. Na FIGURA 32 (a) temos uma micrografia da ZAC da referida amostra obtida da zona de crescimento de grãos ferríticos (ZACTE). Obviamente a quantificação via MO de várias micrografias como a da FIGURA 32 (a) tende a produzir um alto valor de ferrita. Isso explica os 71% de ferrita para a amostra 5BIII (conferir TABELA 15).

Já na FIGURA 32 (b) é mostrado o mapa de fases obtido por EBSD. É possível notar que esta região não corresponde a ZACTE. Sendo assim, é esperado que a fração volumétrica da ferrita diminua em direção ao equilíbrio de fases. Isso pode ser comprovado pelo valor de 52% encontrado para a ZAC da amostra em questão. Deve-se ressaltar ainda que o não ataque nas amostras submetidas à técnica de EBSD dificulta ainda mais o posicionamento na ZACTE. Isso não acontece para as amostras quantificadas por MO, pois o ataque permitiu que as micrografias fossem tiradas exatamente na ZACTE. Os argumentos usados nos dois parágrafos anteriores podem ser aplicados a outras amostras citadas anteriormente.

Partindo dessa hipótese, procurou-se quantificar as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII e 5BIII novamente via MO, agora tendo por base não mais a ZACTE, e sim uma região um pouco abaixo. Os novos valores obtidos foram 56, 59, 58 e 50% para as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII e 5BIII, respectivamente. Estes valores como podem ser conferidos pela TABELA 15 muito se aproximam dos obtidos por EBSD.

Apresentados e discutidos os resultados para as quatro técnicas de quantificação propostas, segue na FIGURA 33 um gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS com as quatro técnicas plotadas no mesmo gráfico. Este gráfico diz respeito somente ao MS, tendo em vista o seu comportamento bem definido para todas as técnicas. Nesta, apesar das variações e peculiaridades de cada técnica, é possível notar que todas elas seguem a mesma tendência de queda na fração volumétrica de ferrita em função da energia de soldagem.

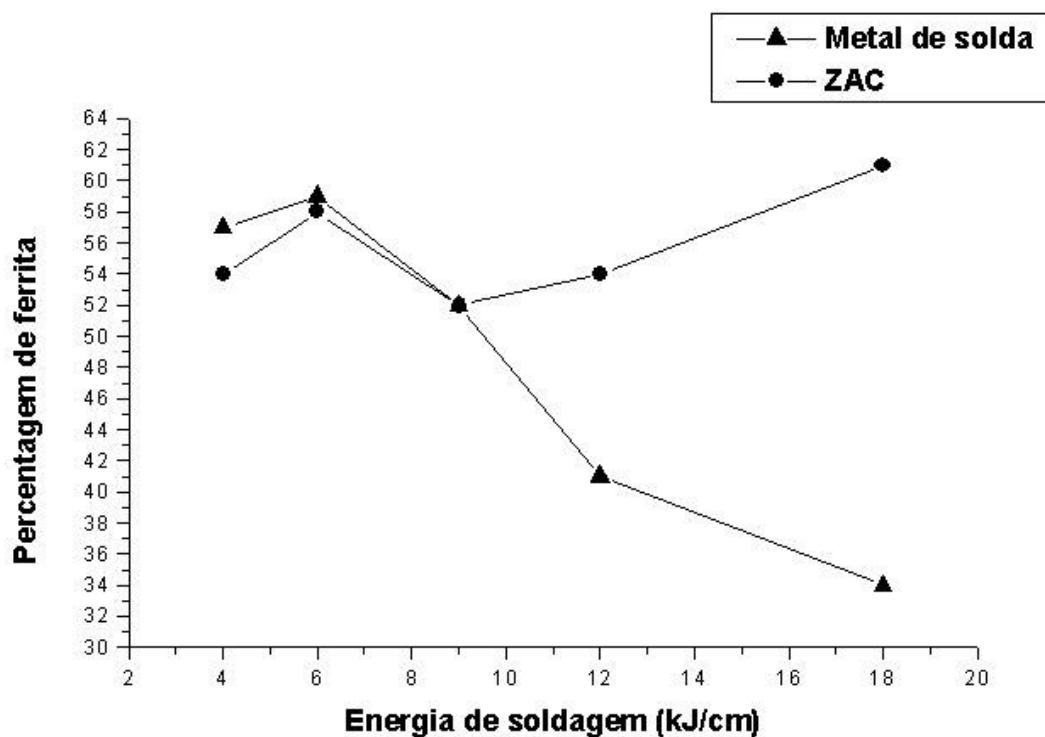
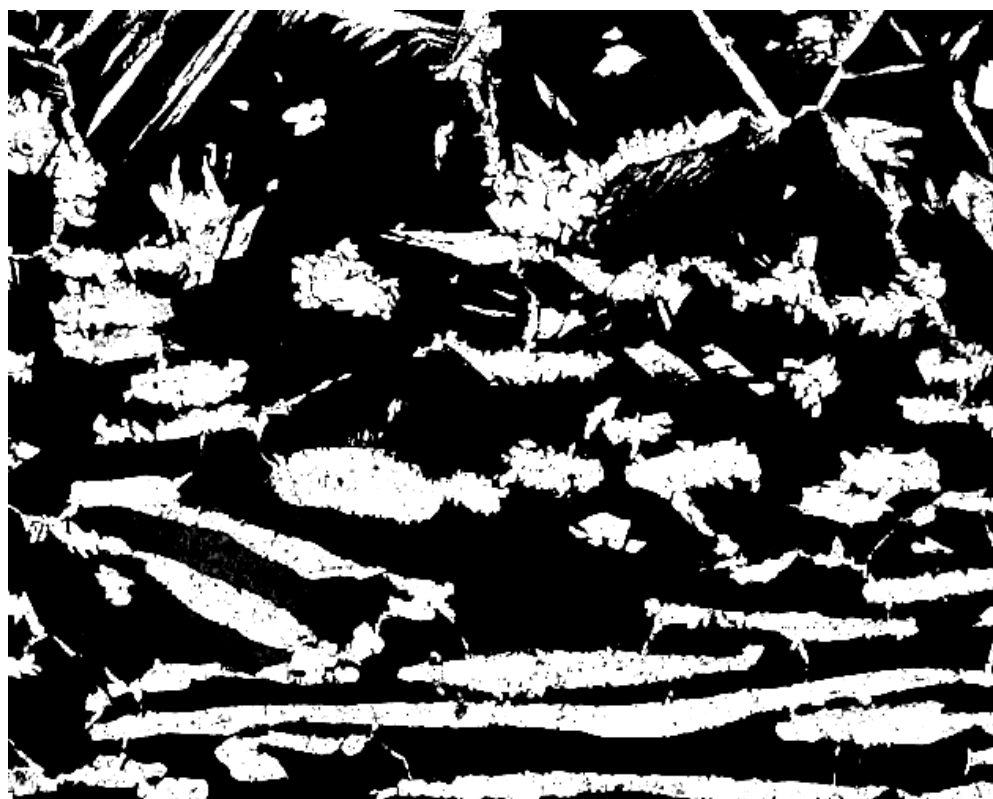


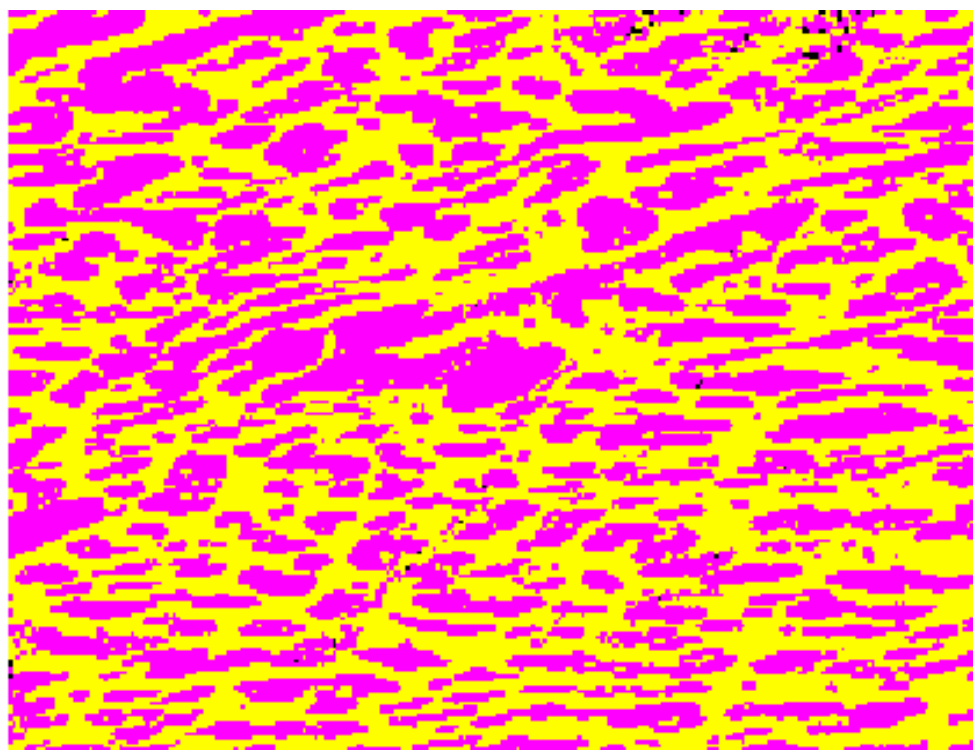
FIGURA 31 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS e ZAC das amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII obtidos por EBSD.

TABELA 15 - Equivalência de resultados entre as técnicas de MO e EBSD para as amostras 1BIII, 2BIII, 3BIII, 4BIII e 5BIII.

Amostra	MO		EBSD	
	MS	ZACTE	MS	ZAC
1BIII	45	61	41	54
2BIII	66	67	59	58
3BIII	64	65	57	54
4BIII	40	57	34	61
5BIII	63	71	52	52



(a)



200µm

Phase map

(b)

FIGURA 32 - Áreas nas quais foram procedidas as quantificações da ZAC da amostra 5BIII. Em (a) Micrografia tendo como referência a ZACTE e em (b) o mapa de fases obtido após a varredura por EBSD.

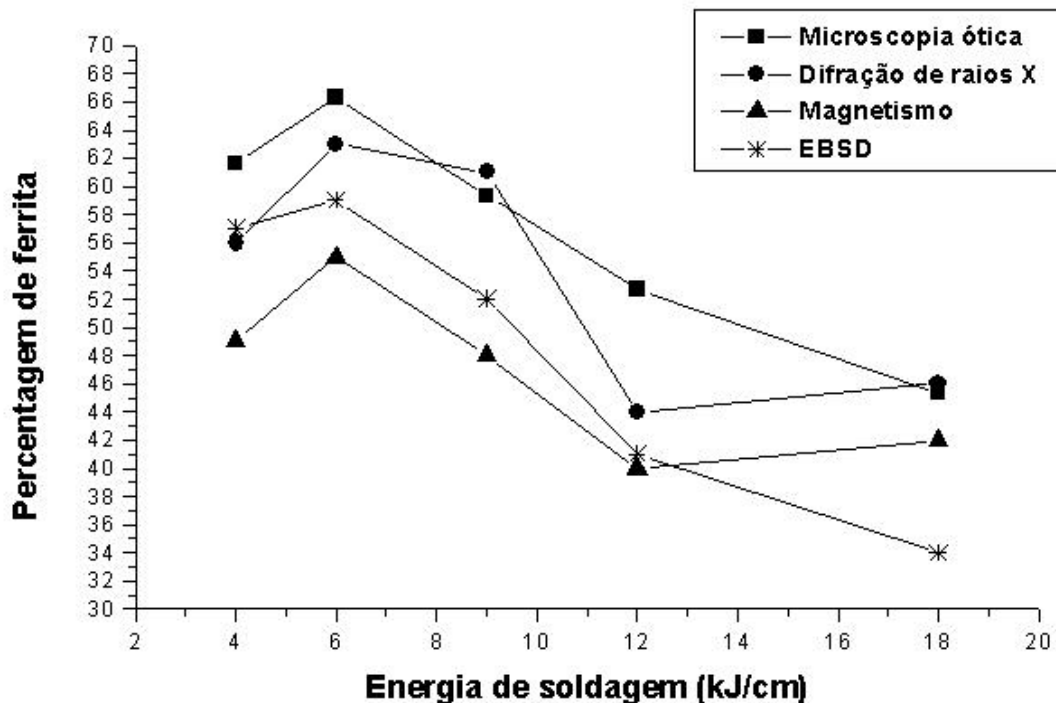


FIGURA 33 - Gráfico da quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o MS usando as quatro técnicas de quantificação.

4.4 Teste de Microdureza

Com o intuito de avaliar a influência da soldagem sobre a dureza do AID UNS S31803 testes de microdureza foram realizados como descritos no Item 3.2.5. Deve ser ressaltado ainda que todas as linhas de impressões iniciaram-se a partir aproximadamente da metade da altura do cordão de solda e seguiram em direção ao metal de base (ver FIGURA 12).

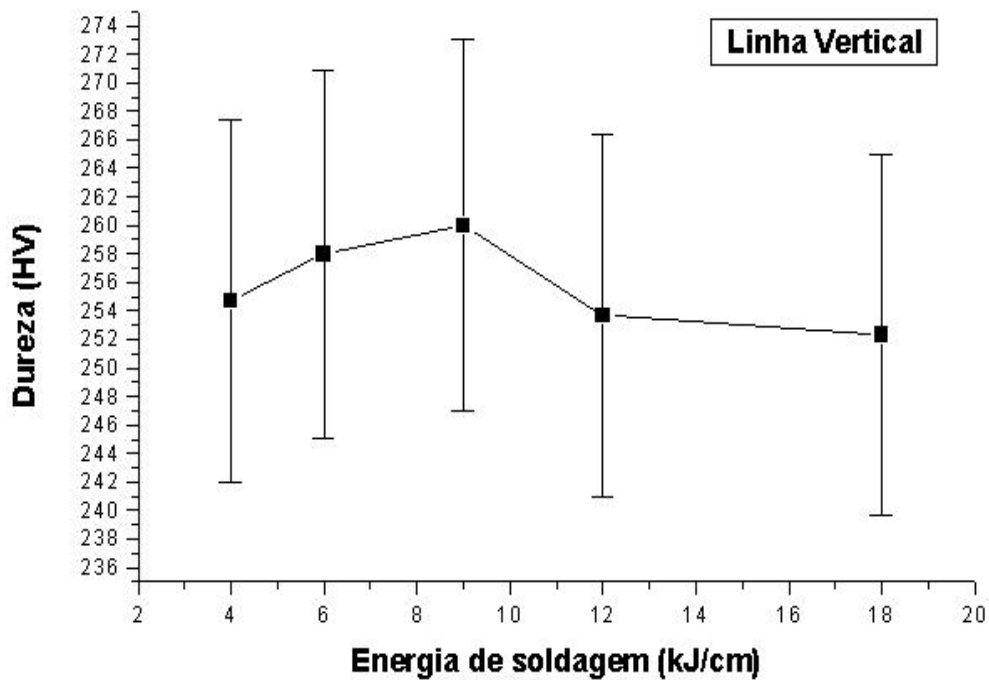
Como feito para quantificação via MO três amostras de cada corpo de prova foram usadas para os testes de microdureza. Foram elas BI, BIII e BV respectivamente, início, meio e fim da região de interesse.

A FIGURA 34 apresenta um gráfico mostrando a variação da média das durezas em função da energia de soldagem para uma linha vertical (FIGURA 34 (a)) e uma linha horizontal (FIGURA 34 (b)). Cada um dos pontos nestes gráficos foi obtido calculando-se a média das durezas nas amostras do tipo BI, BIII e BV. O gráfico apresentado na FIGURA 18 mostrou que, principalmente para o MS, a energia de soldagem exerce forte influência no balanço de fases, ou seja, para diferentes energias, teremos diferentes razões α/γ . No entanto nos gráficos da FIGURA 34 podemos notar que não houve influência da energia de soldagem sobre a dureza do material soldado. Este resultado concorda com os de Muthupandi et al

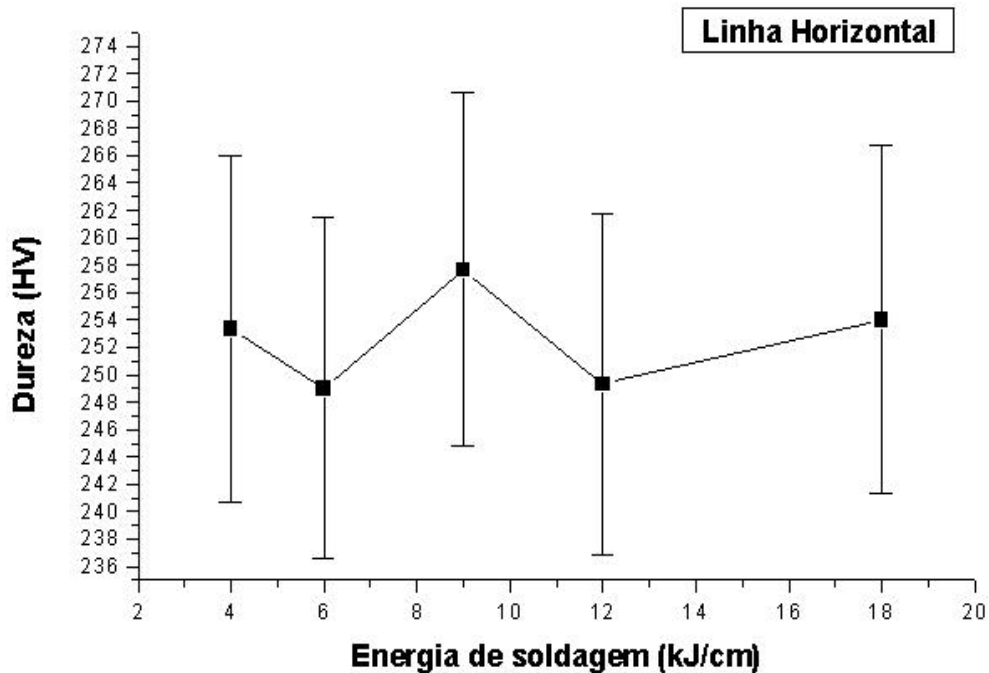
(2003) ²⁶ que afirmaram que diferentes razões α/γ têm pouco efeito na dureza. Concluímos com isso que mesmo ocorrendo uma grande variação no balanço de fases, a dureza é pouco afetada.

Já na FIGURA 35 é apresentado um gráfico da dureza em função da posição da amostra ao longo do comprimento do cordão de solda para uma linha vertical (FIGURA 35 (a)) e uma linha horizontal (FIGURA 35 (b)). Neste podemos ver que não houve variação de dureza. Este resultado confirmou as expectativas, tendo em vista que pelo que foi visto no gráfico da FIGURA 22 não houve variação do balanço α/γ ao longo do comprimento cordão de solda. Assim, era esperado que a dureza não variasse considerando a manutenção microestrutural ocorrida.

Os perfis de microdureza proporcionam uma análise mais detalhada da dureza, tendo em vista que se baseando em valores médios não conseguimos retirar informações mais detalhadas. Ou seja, num caráter geral não houve variação de dureza das amostras analisadas. Sendo assim, as FIGURAS 36 a 40 apresentam os perfis de microdureza referente ao agrupamento da energia de soldagem ao longo de uma linha vertical na seção transversal à solda. Ajustes lineares dos perfis também foram colocados nos gráficos. A primeira vista podemos perceber que praticamente todos os perfis de microdureza têm um comportamento levemente decrescente significando que a dureza tende a diminuir da solda para o metal de base, como já era esperado. No entanto, analisando os gráficos mais detalhadamente, por intermédio dos ajustes notamos que para algumas condições houve uma queda mais brusca. Isso acontece principalmente para as condições 2 e 3. Para estas condições picos de dureza de aproximadamente 285 HV são alcançados no MS. Nestas mesmas condições a dureza no MB atingiu valores entre 240 a 250 HV. Vale lembrar que de acordo com a TABELA 9 a dureza média do material como recebido foi de 233 HV. A razão para esta ampla faixa de variação de uma região para outra pode está associada à precipitação de compostos intermetálicos, ainda que em pouca quantidade. Como a energia de soldagem usada nestas duas condições foi baixa (4 e 6 kJ/cm), existe a possibilidade de ter ocorrido precipitação de nitreto de cromo, pois este tende a se formar para baixas energias de soldagens, tendo em vista a microestrutura rica em ferrita.

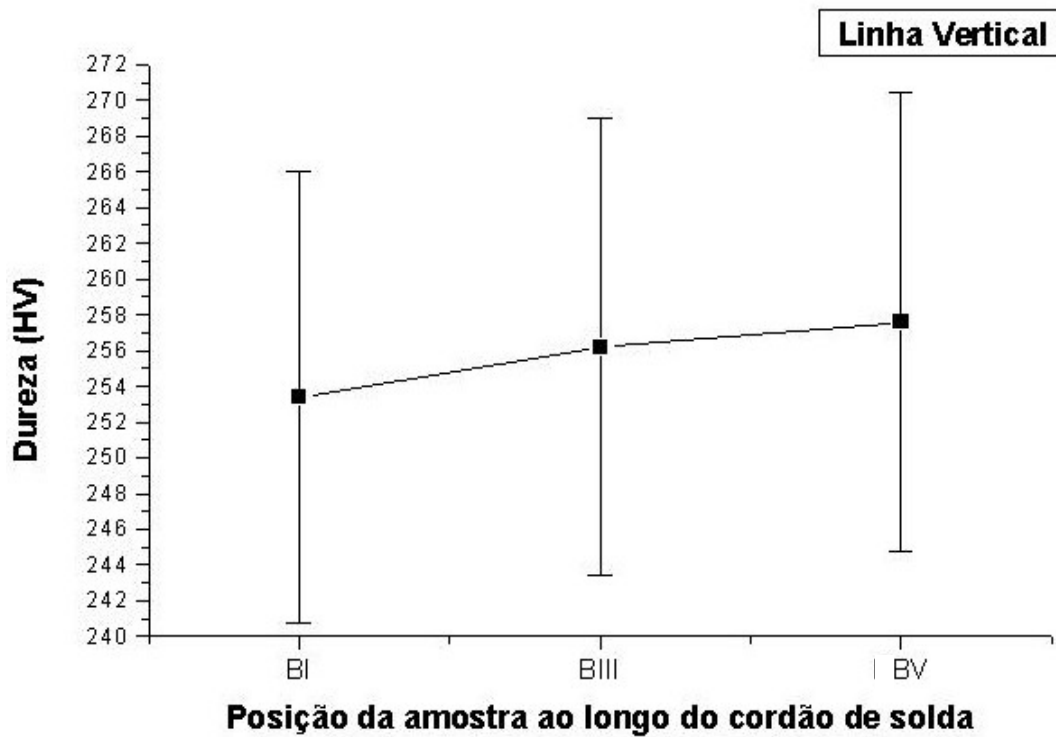


(a)

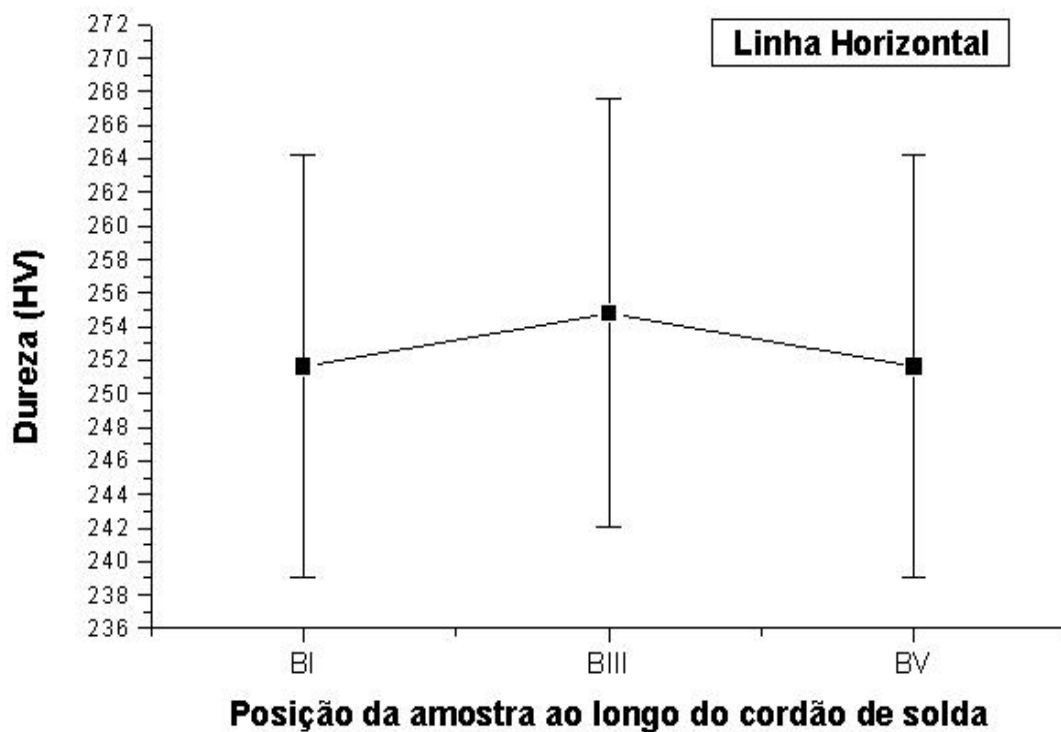


(b)

FIGURA 34 - Gráfico da média das durezas em função da energia de soldagem. Em (a) para uma linha vertical e em (b) para uma linha horizontal.



(a)



(b)

FIGURA 35 - Gráfico da dureza em função da posição da amostra ao longo do comprimento do cordão de solda. Em (a) para uma linha vertical e em (b) para uma linha horizontal.

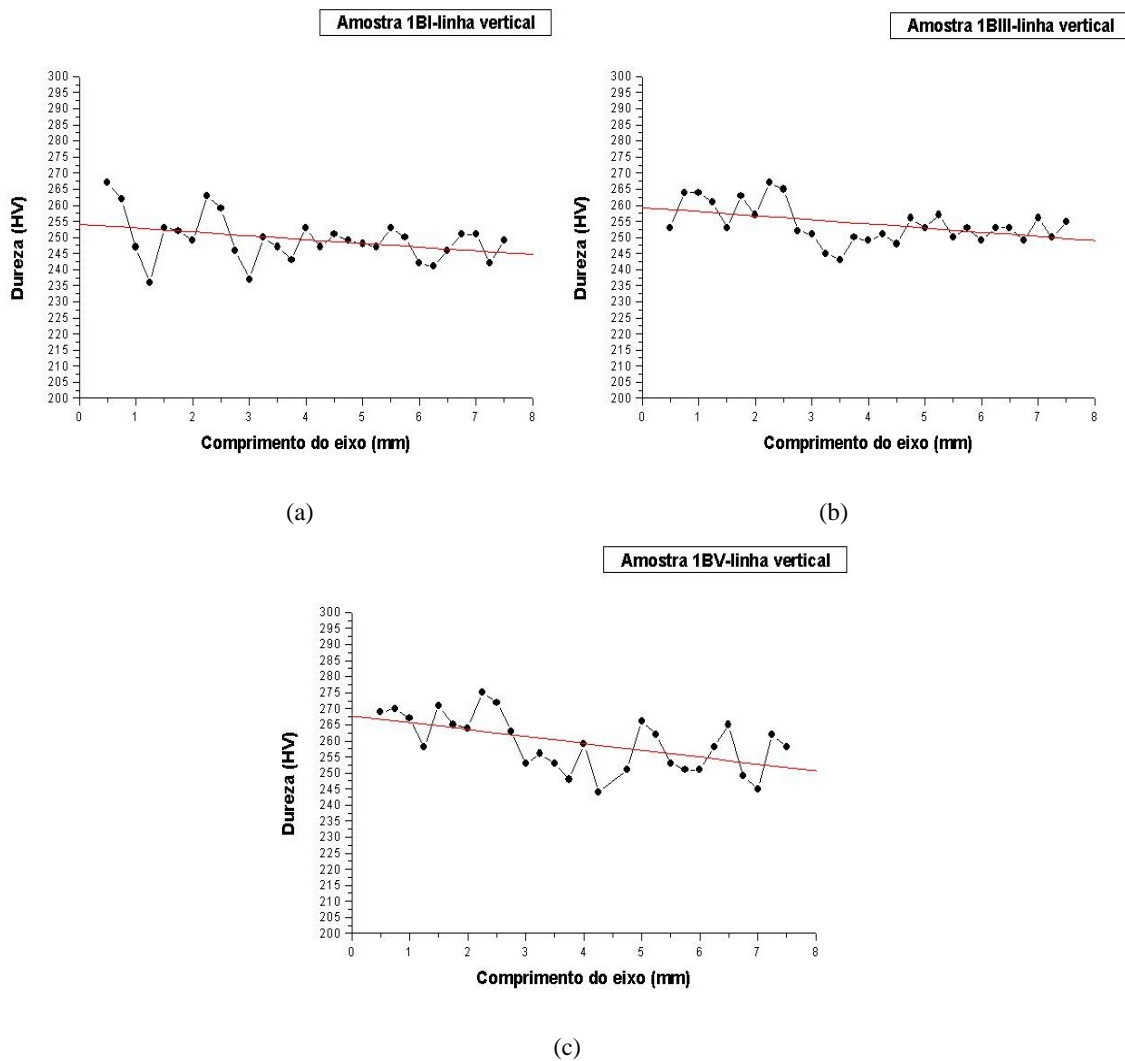
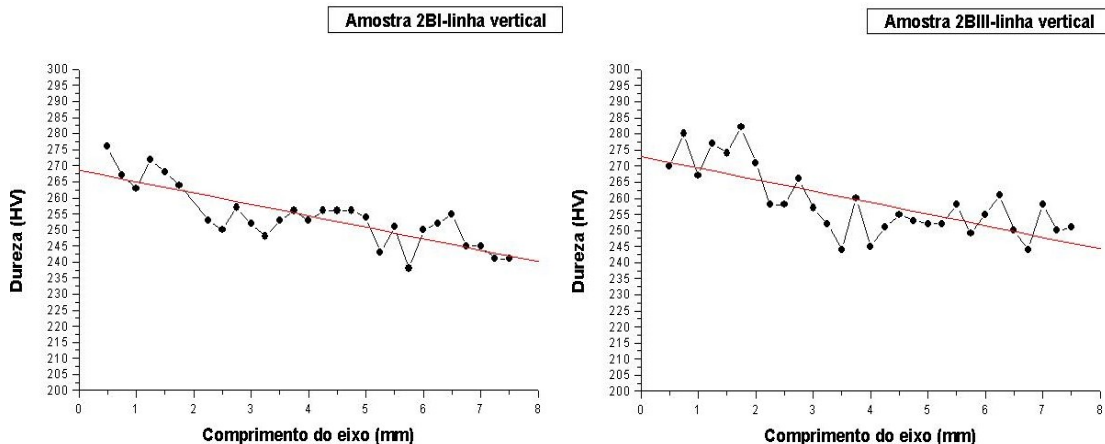


FIGURA 36 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 1BI, em (b) amostra 1BIII e em (c) amostra 1BV.



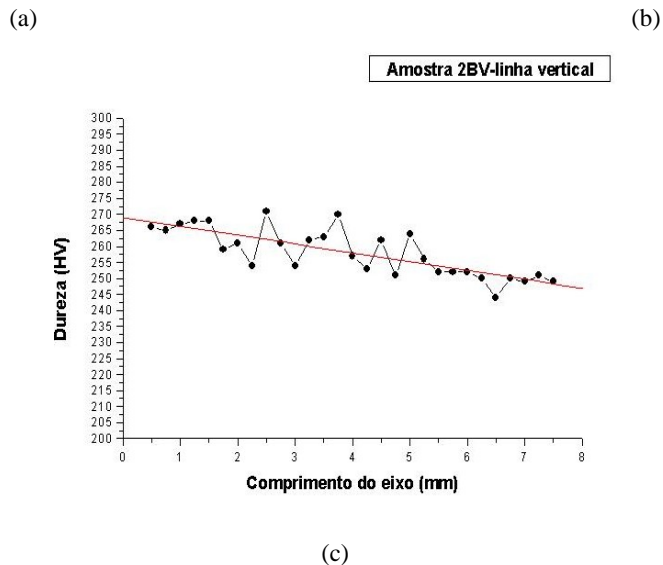


FIGURA 37 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 2BI, em (b) amostra 2BIII e em (c) amostra 2BV.

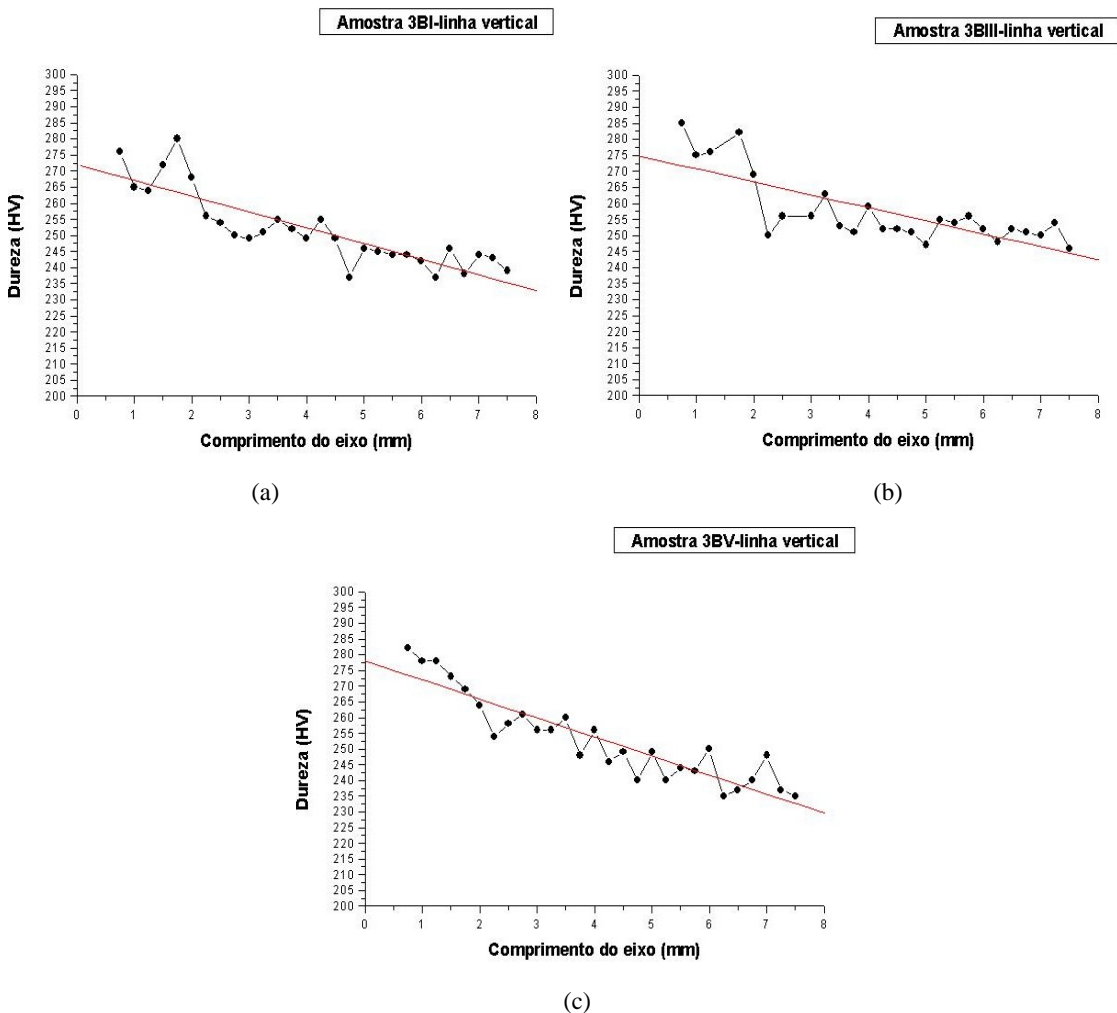


FIGURA 38 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 3BI, em (b) amostra 3BIII e em (c) amostra 3BV.

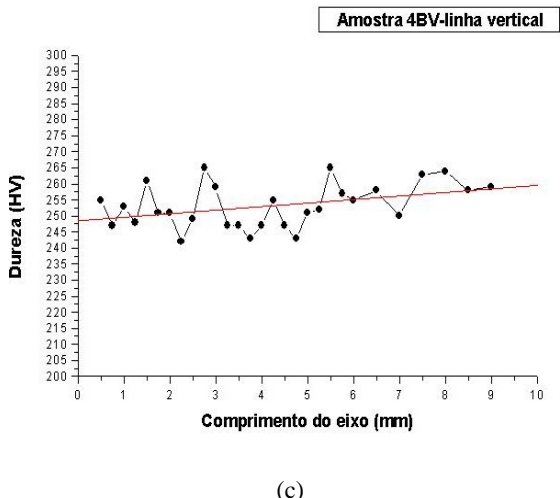
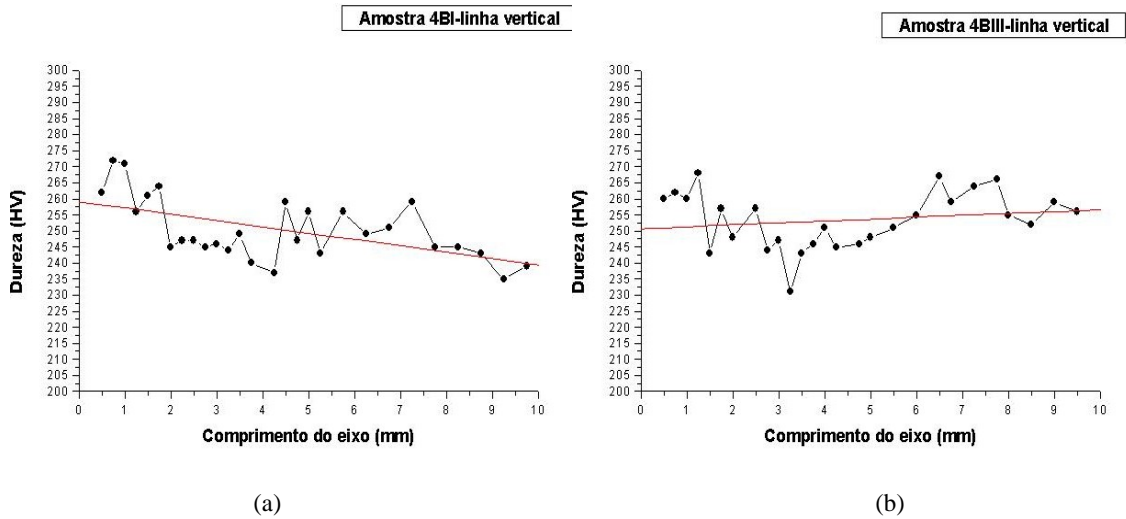
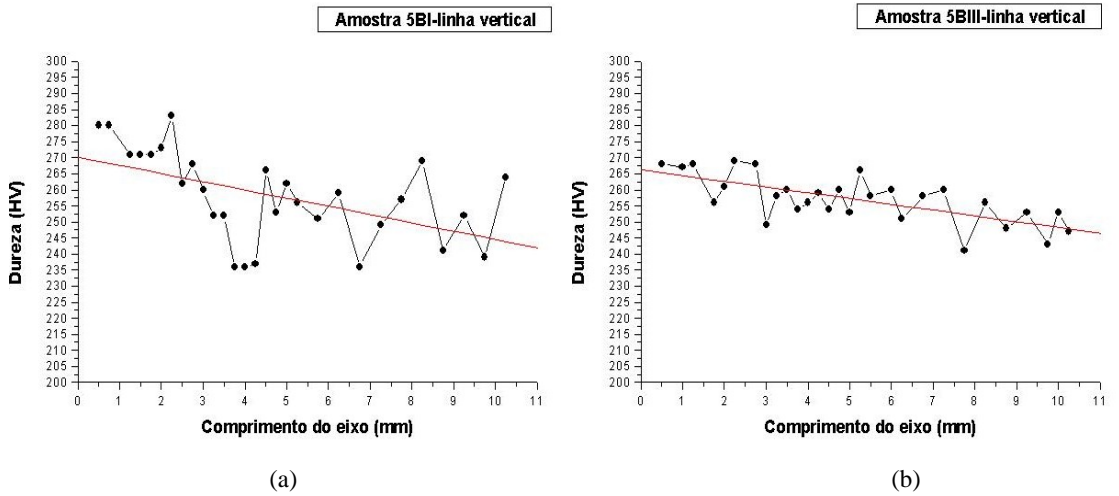
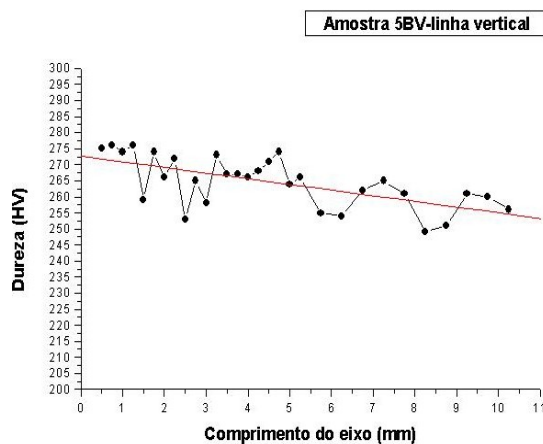


FIGURA 39 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 4BI, em (b) amostra 4BIII e em (c) amostra 4BV.





(c)

FIGURA 40 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical na seção transversal da solda. Em (a) amostra 5BI, em (b) amostra 5BIII e em (c) amostra 5BV.

4.5 Teste de corrosão intergranular

Conforme descrito no Item 3.2.6, ensaios de polarização eletroquímica de reativação potenciocinética cíclica (PERC) foram realizados com o intuito de averiguar a ocorrência de corrosão intergranular devido à soldagem do material. Mais uma vez os resultados estão baseados no agrupamento que leva em conta a variação da energia de soldagem (condições de 1 a 5). No entanto, os ensaios foram realizados em apenas uma amostra por condição. Foram elas: 1BIV, 2BIV, 3BIV, 4BIV e 5BIV.

Ainda em relação ao Item 3.2.6 foi comentado que uma grande vantagem da utilização da célula eletroquímica desenvolvida por Herculano (2004)⁷¹ é a possibilidade de realizar medidas pontuais em regiões específicas do material. O critério para escolha dos pontos onde foram executadas as medidas foi baseado nos picos de maiores temperaturas atingidos. Sendo assim, foram realizadas três medidas pontuais ao longo da ZACTE. Para tanto a zona de ligação foi tomada como referência.

As FIGURAS 41 a 45 apresentam os gráficos da corrente (A) versus tensão (V) para as amostras citadas anteriormente. Nestas pode ser notado que nenhum dos gráficos apresentou indício de corrosão intergranular, tendo em vista a ausência do pico máximo de corrente gerado pela varredura de reativação (I_r). Estes resultados concordam com os de Ramirez (1997),⁴¹ que reportou a ausência de fases ricas em cromo que pudessem causar sensibilização em amostras de AID UNS S31803 submetidas à simulação térmica com energia de soldagem de 10 kJ/cm.

Segundo Majidi et al (1986) ⁷⁶, uma razão (I_r/I_a) menor que 0,001 corresponde a uma estrutura do tipo “step”, já (I_r/I_a) entre 0,001 e 0,05 corresponde a uma estrutura “dual” e por fim (I_r/I_a) maior que 0,5 caracteriza uma estrutura tipo “ditch”. Logo, baseando-se na classificação sugerida pelo autor citado acima, pode ser afirmado que todas as medidas, exceto a do 1º ponto da amostra 4BIV ($I_r/I_a=0,002$), se enquadram no tipo de estrutura “step”. Portanto, segundo a norma ASTM A 262 93, ⁷⁷ não há sensibilização para este tipo de estrutura. É muito importante ser mencionado que a classificação proposta por Majidi diz respeito somente ao aço inoxidável austenítico 304 com tamanho de grão aproximadamente igual a 3,5.

A explicação para o valor de (I_r/I_a) ser 0,002 (maior de todos) pode está no fato da alta energia de soldagem usada nesta condição (18 kJ/cm) ter favorecido a formação de carbonetos dispostos nos contornos de grãos α/α e/ou nas interfaces α/γ .

Devemos chamar atenção para o seguinte: O fato dos ensaios de PERC não mostrarem indícios de corrosão intergranular, não garantem que o material esteja isento da presença de precipitados de compostos intermetálicos. Esta pode ter existido, porém em pequena quantidade, como poderá ser comprovado no Item 4.6.

Outro fato curioso que deve ser ressaltado é a presença de dois picos na varredura de ativação para as três medidas feitas na amostra 3BIV (FIGURA 43) e para a terceira medida feita na amostra 5BIV (FIGURA 45 (c)). Suspeita-se que a qualidade superficial da amostra pode interferir na técnica de PERC. Partindo dessa desconfiança as amostras citadas acima foram submetidas à técnica, porém lixadas em lixa de 400, diferindo das outras amostras que foram polidas em pasta de 1 μ m antes dos testes. Uma possível explicação para a detecção dos dois picos durante a varredura de ativação é o fato do material em questão ser uma liga bifásica (α/γ). Assim, com uma superfície mais rugosa foi possível identificar os picos de cada uma das fases, algo que não aconteceu para as amostras polidas tendo em vista uma maior ausência de pontos preferenciais de ataque.

Estudos preliminares feitos em um aço inoxidável ferrítico 444 ⁷⁸ mostram que pico máximo de corrente durante a varredura de ativação (I_a) acontece entre, aproximadamente, -0,25 e -0,3 volts. Já Herculano (2004) ⁷¹ trabalhando com aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316L encontrou I_a variando na faixa de -0,002 e -0,005 volts. Como pode ser observado, estes valores para as duas fases, concordam com os encontrados para as amostras lixadas (ver FIGURAS 43 e 45 (c)). Para as amostras apenas polidas pode ser detectado somente o pico de ferrita, provavelmente, devido à localização das medidas (zona de ligação) serem áreas ricas em ferrita.

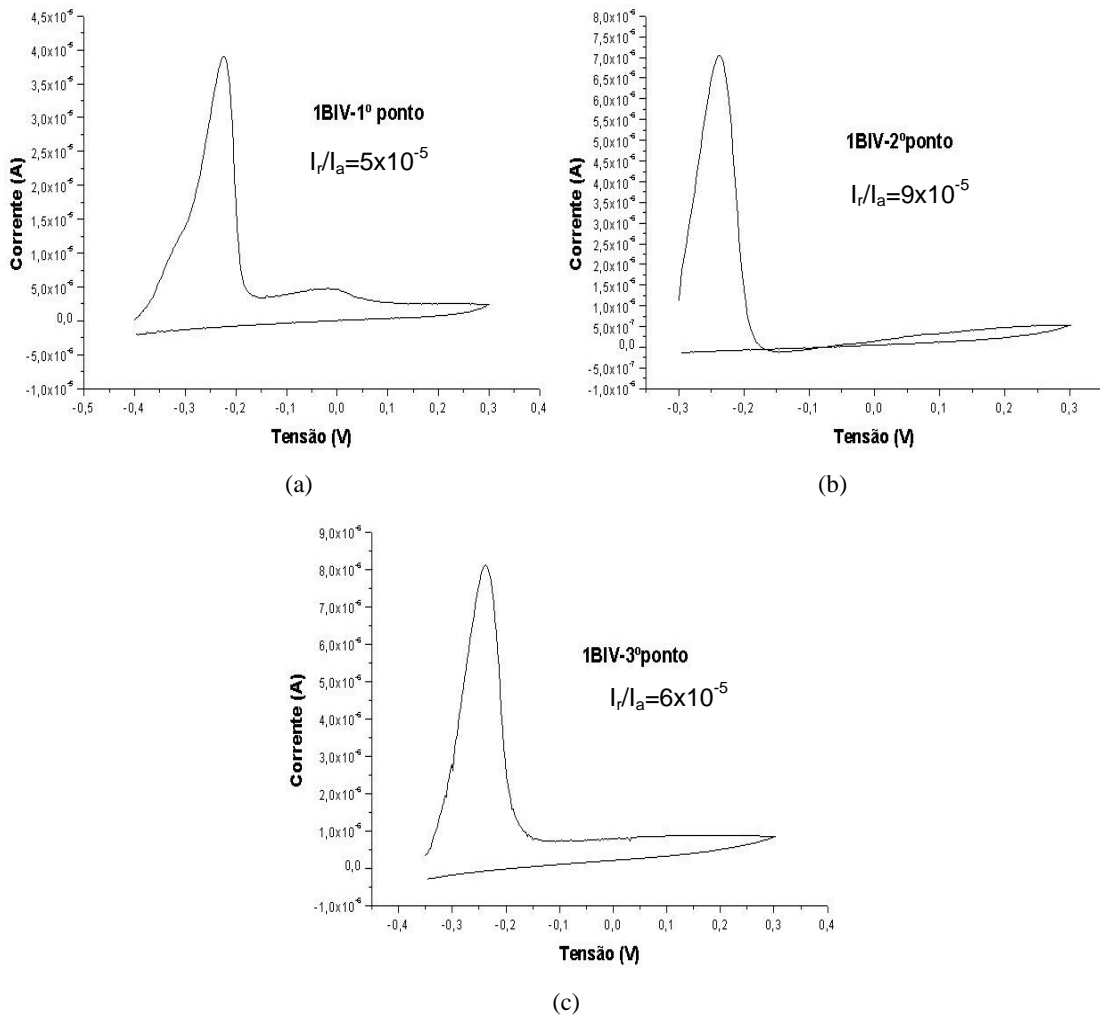
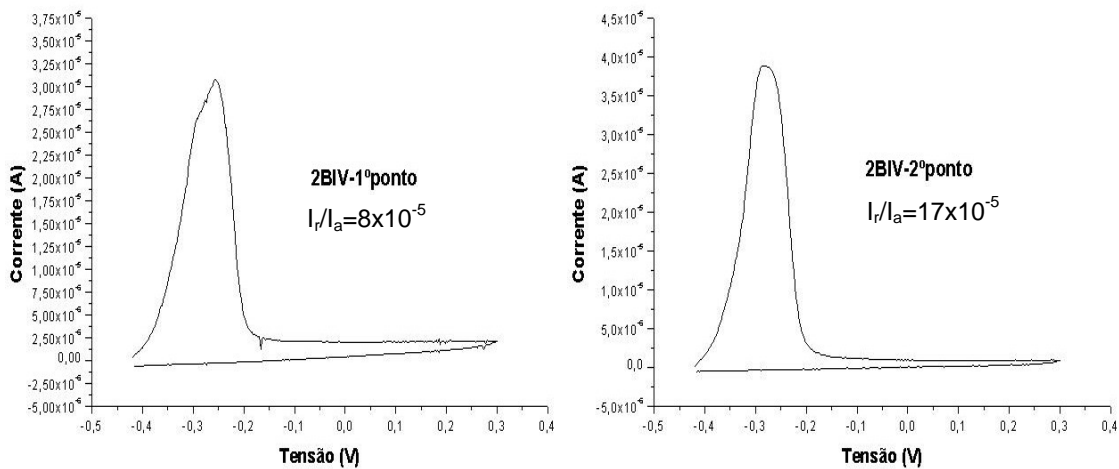


FIGURA 41 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 1BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.



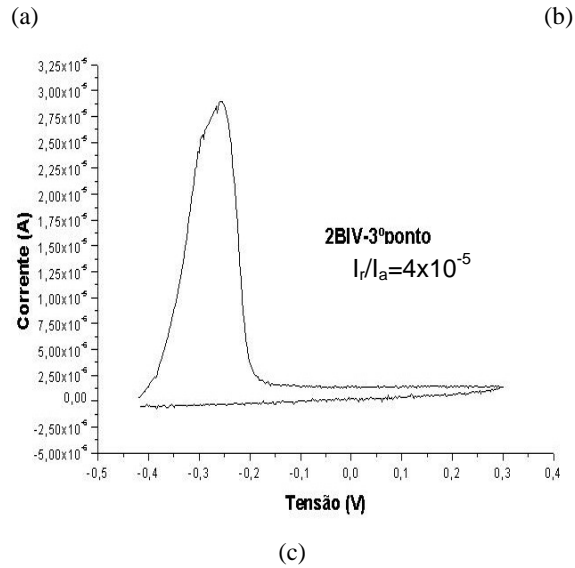


FIGURA 42 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 2BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.

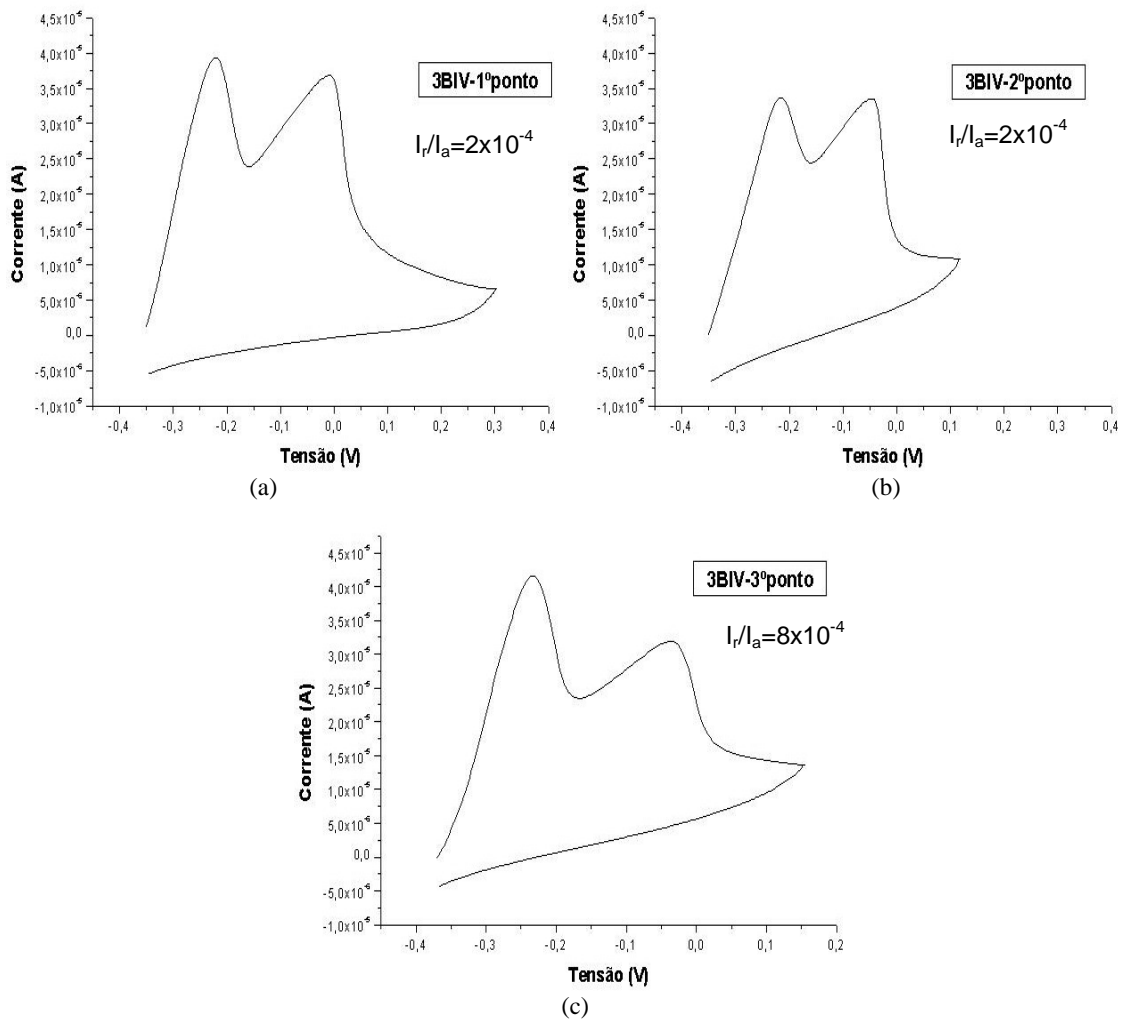


FIGURA 43 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 3BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.

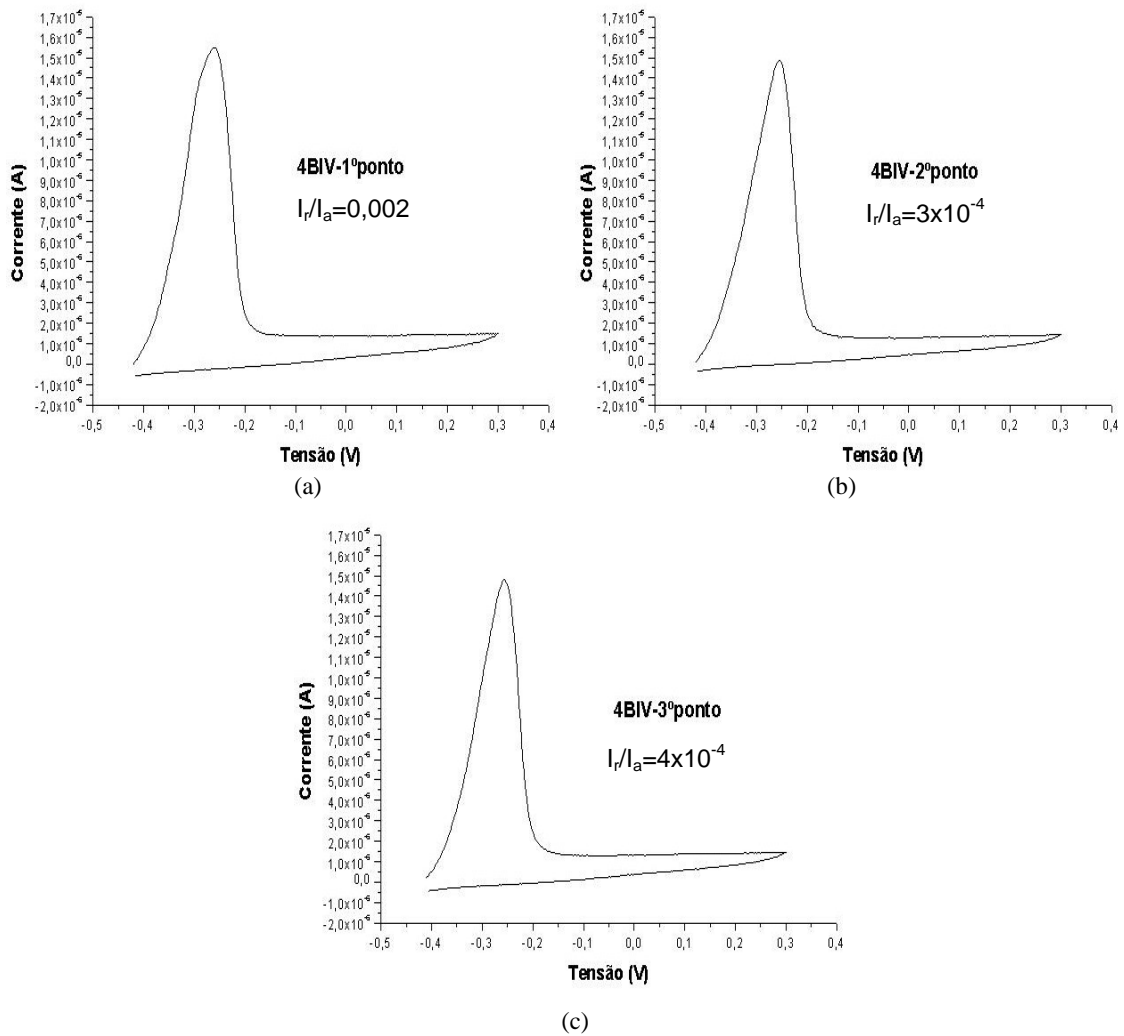


FIGURA 44 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 4BIV. Em (a) 1º ponto, (b) 2º ponto e (c) 3º ponto.

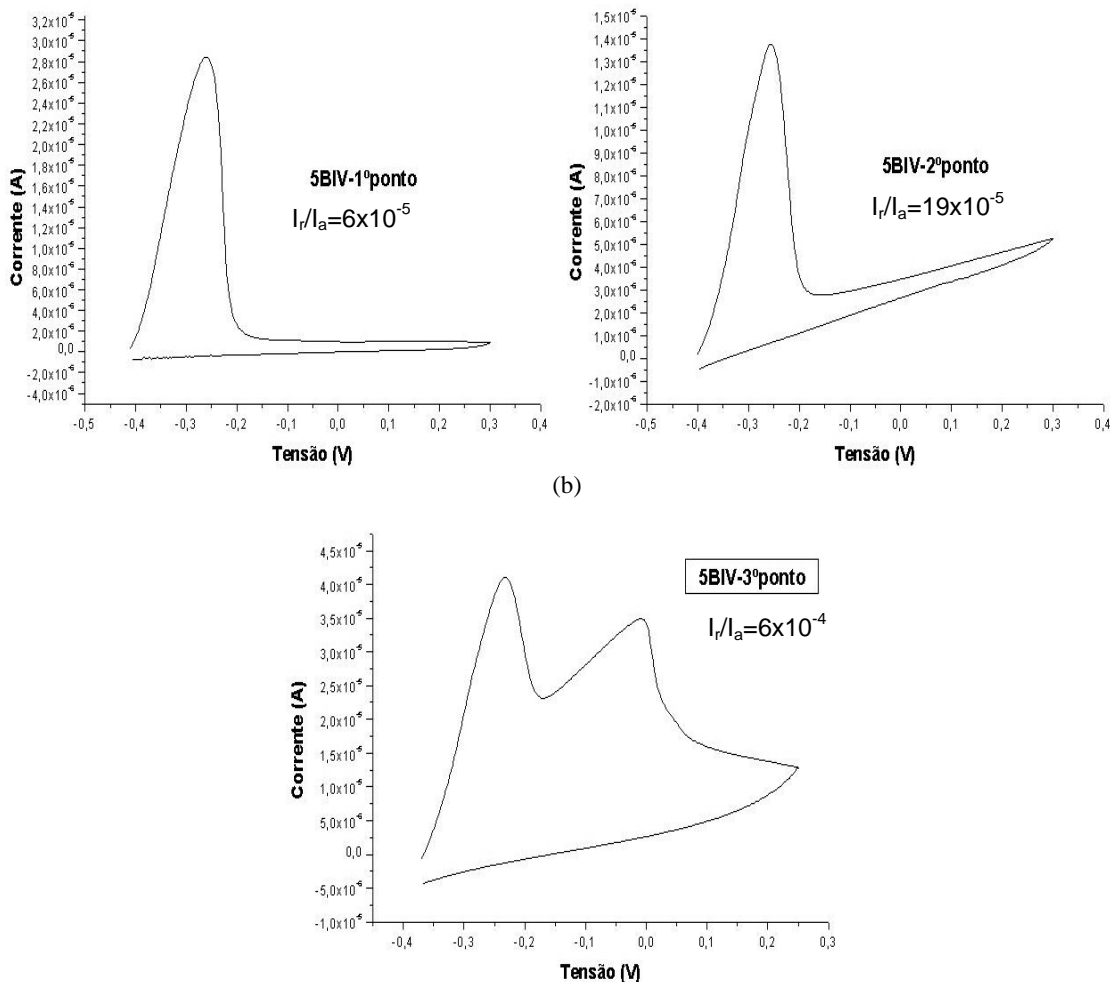


FIGURA 45 - Curvas de corrente x tensão obtidas dos ensaios de PERC feitos na amostra 5BIV. Em (a) 1º ponto, em (b) 2º ponto e em (c) 3º ponto.

4.6 Análise qualitativa da precipitação

Tendo em vista a forte influência da presença de compostos intermetálicos sob a forma de precipitados na microestrutura de um AID, foi considerado de caráter relevante a realização de um estudo qualitativo acerca da precipitação, com o objetivo de se fornecer indícios da presença de compostos intermetálicos na microestrutura das amostras soldadas. Para tanto foram aplicadas as técnicas de difração de raios X e PERC para detecção dos precipitados, aliados à MO e MEV para observação da presença destes.

A estratégia usada para a qualificação dos precipitados foi a mesma descrita no Item 4.3.3 para quantificação da ferrita e austenita, porém aqui foram selecionados, além dos picos destas duas fases, os demais picos que poderiam ser de compostos intermetálicos. Por

isso, nesta etapa os softwares Profit (ajuste de picos) e PCPDFwin (banco de dados) foram essenciais.

De acordo com a literatura ¹ as fases que poderiam ser encontradas na forma de precipitados são: fase Sigma (σ), Laves (η), Chi (χ), nitretos (Cr_2N , CrN), carbonetos (M_{23}C_6 e M_7C_3). Por isso, estas foram as fases pesquisadas. Assim, no ato do ajuste dos difratogramas via Profit, todos os picos referentes a estas fases foram levados em conta.

As amostras usadas neste estudo foram as mesmas usadas para quantificação, ou seja, 1BV, 2BIII, 3BI, 4BV e 5BII. A TABELA 16 traz um levantamento dos possíveis precipitados nas amostras citadas acima. Nesta é possível ver os ângulos em que ocorreram coincidências entre os picos oriundos do difratograma (medido) e os obtidos pelo banco de dados referentes aos precipitados pesquisados. É importante informar que este levantamento diz respeito apenas a medidas realizadas no MS de solda das amostras citadas acima.

Através da análise da TABELA 16 é possível notar que as amostras soldadas com menor energia (2BIII, 3BI e 5BIII) foram as que apresentaram maior concordância entre os picos medidos (difratograma) e os pesquisados no banco de dados, ou seja, foram as que apresentaram mais precipitação. Nestas amostras aparecem praticamente todos os precipitados pesquisados. Além disso, algumas fases estiveram presentes na mesma amostra em mais de pico, tornado ainda mais forte a evidência da real presença desta fase na amostra. Por exemplo, a amostra 2BIII além de ter apresentado todas as fases pesquisadas, ainda teve uma mesma fase encontrada em vários picos. É o caso da fase σ que, para a amostra citada, foi encontrada em quatro ângulos diferentes. O mesmo aconteceu para as fases χ , Laves e M_{23}C_6 .

TABELA 16 - Correspondência de picos referente às medidas feitas no MS das amostras.

Precipitados	Amostras submetidas à análise de precipitação por difração de raios X				
	1BV	2BIII	3BI	4BV	5BIII
σ		43,0/44,1/44,9/65,1	44,1/74,3		44,1/74,2
Cr_2N	43,2	43,2			43,2
CrN		43,7	43,7		
χ		43,3/73,9/82,5	43,8/64,7/74	74,0	43,2/50,3/74,0
Laves	81,7	44,1/90,1/95,5	44,1/81,2	81,4	
M_7C_3	42,6/44,4/81,4	44,9	44,5/63,8/81,5	44,3/81,6	44,3/50,3/81,8
M_{23}C_6	44,4	44,3/50,7/82,5	44,1/44,5/81,2	44,3	44,1/44,3

Lundquist et al (1986) ⁷⁹ reportaram uma apreciável precipitação de nitretos de cromo, tanto no MS como na ZAC, de amostras soldadas com baixa energia. Esta precipitação era caracterizada por inúmeros pontos de nitretos concentrados no interior do grão ferrítico.

Segundo o autor, o emprego de altas energias de soldagem evita tal precipitação. Liou et al (2002)¹⁴ detectaram uma precipitação com a mesma morfologia para amostras de AID simuladas termicamente com $\Delta t_{8/5} = 5$ s, ou seja, alta velocidade de resfriamento. Para as amostra soldadas com baixa energia de soldagem, ou seja, com alta velocidade de resfriamento, foi possível a detecção do mesmo tipo de precipitação reportado pelos dois autores. A FIGURA 46 apresenta uma micrografia do MS da amostra 2BI. Nesta é possível notar a intensa presença de nitretos no interior do grão ferrítico e uma zona livre de precipitação próxima às interfaces α/γ . Segundo Liou et al (2002),¹⁴ a zona livre de precipitação é explicada pela baixa concentração de nitrogênio nas regiões adjacentes às interfaces. Esta concentração tende a crescer em direção ao centro do grão ferrítico, que por ter baixa solubilidade para o nitrogênio, precipita-o na forma de nitretos de cromo.

A FIGURA 47 (a) também apresenta uma micrografia do MS da amostra 2BI. Nesta é possível ver, além da precipitação de nitretos de cromo já descrita no parágrafo anterior, uma notória precipitação ao longo do contorno de grão ferrítico. Uma análise feita por EDS, mostrada na FIGURA 47 (b), apontou uma alta concentração de molibdênio, por volta de 14%, além do cromo já característico. Sabendo que tanto a fase σ como a χ são compostos intermetálicos ricos em cromo e molibdênio, pode ser que a precipitação vista ao longo do contorno de grão ferrítico contenha essas fases, confirmando os resultados da difração de raios X que também mostram a presença dessas fases nas amostra soldadas com baixa energia. A presença da fase χ em praticamente todas as amostras pode ser explicada pelo fato desta fase ser uma facilitadora para a formação da fase σ , ou seja, para tempos de exposição mais prolongados na faixa de temperatura de precipitação da fase σ , a fase χ já existente se transformará em σ . Outro forte indício da presença, embora que pequena, destas fases é a dureza que para as condições 2 e 3 chegaram a alcançar picos de aproximadamente 285 HV. Além disso, estas foram as condições que apresentaram quedas mais bruscas quando analisou-se o perfil de dureza ao longo de uma linha vertical (ver FIGURAS 37 e 38).

Era esperado que para as amostras 1BV e 4BV, soldadas com altas energias (12 e 18 kJ/cm respectivamente), fosse detectado a presença de fase σ , pois estas permaneceram por tempos maiores na faixa de temperatura entre 700 a 950°C. No entanto isto não foi verificado como podemos ver pela TABELA 15. Ramirez (1997),⁴¹ em seu trabalho de mestrado, também não conseguiu detectar via difração de raios X a presença de fase σ em amostras de AID simuladas termicamente com energias de 8 e 10 kJ/cm. Deve-se ressaltar que estas foram as energias mais altas usadas em sua pesquisa. A explicação proposta por ele para este fato foi

a seguinte: a precipitação de nitretos de cromo é bastante acelerada, ao contrário da cinética de precipitação da fase σ , que por ter uma estrutura mais complexa leva mais tempo para se formar. O autor seguiu sugerindo que para energias mais baixas as quantidades de nitretos e fase σ precipitadas são aproximadas. Assim, ambas as fases puderam ser detectadas por difração de raios X. Já para energias mais altas, a quantidade de nitretos é muito superior a de fase σ , conseqüentemente, esta última não pôde ser detectada pela mesma técnica.

Em relação aos carbonetos, pode ser visto que a difração de raios X permitiu detectar sua presença em todas as amostras analisadas. Na FIGURA 48 é possível ver o sulco formado pela dissolução de um carboneto. Devido ao caráter esbranquiçado e brilhante em torno do sulco é possível afirmar que o tempo de ataque provocou a dissolução do carboneto. O ataque eletrolítico com ácido oxálico 10%, em 6V dc, por 45 segundos, apropriado para a dissolução de carbonetos ⁶⁷ aliado à localização do precipitado (contorno de grão ferrítico), é um forte indício que realmente o precipitado visto na FIGURA 48 se trata de um carboneto. Deve-se ressaltar que estruturas semelhantes àquelas foram possíveis em todas as condições, no entanto estas foram mais comuns nas condições 4 e 1, ou seja condições em que foram usadas maiores energias de soldagem. A maior frequência de precipitação de carbonetos para as condições de maior energia de soldagem talvez explique o valor de $I_r/I_a = 0,002$ (máximo obtido) no ensaio de PERC para o primeiro ponto da amostra 4BIV. Outra possível causa do aparecimento de carbonetos em todas as amostras é o fato de que esta fase precede a formação de fase σ .

A quantificação dos precipitados não foi objeto deste trabalho, no entanto a dificuldade de observação aliada aos resultados obtidos dos ensaios de PERC permitiu avaliar que a precipitação ocorrida foi de pouca intensidade. Este fato já era esperado tendo em vista que o AID UNS S31803 é bem menos “ligado”, se comparado a um AISD, e o tipo de soldagem empregado neste trabalho (simples deposição).

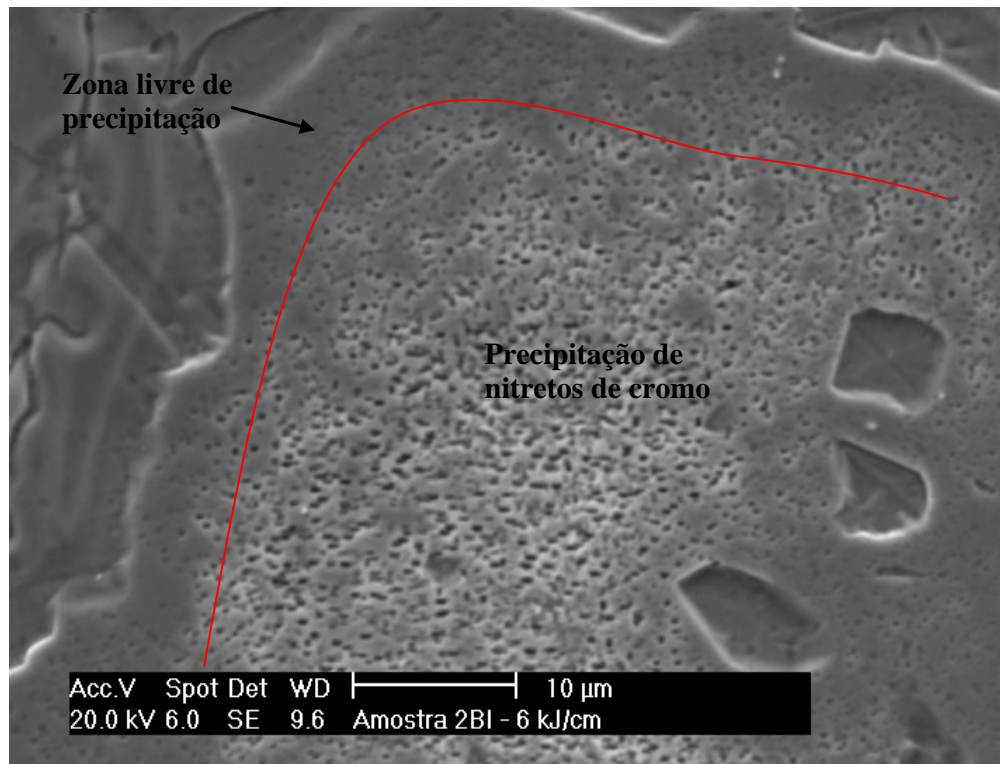


FIGURA 46 - Micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando a precipitação de nitretos de cromo no interior do grão ferrítico do MS da amostra 2BI. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.

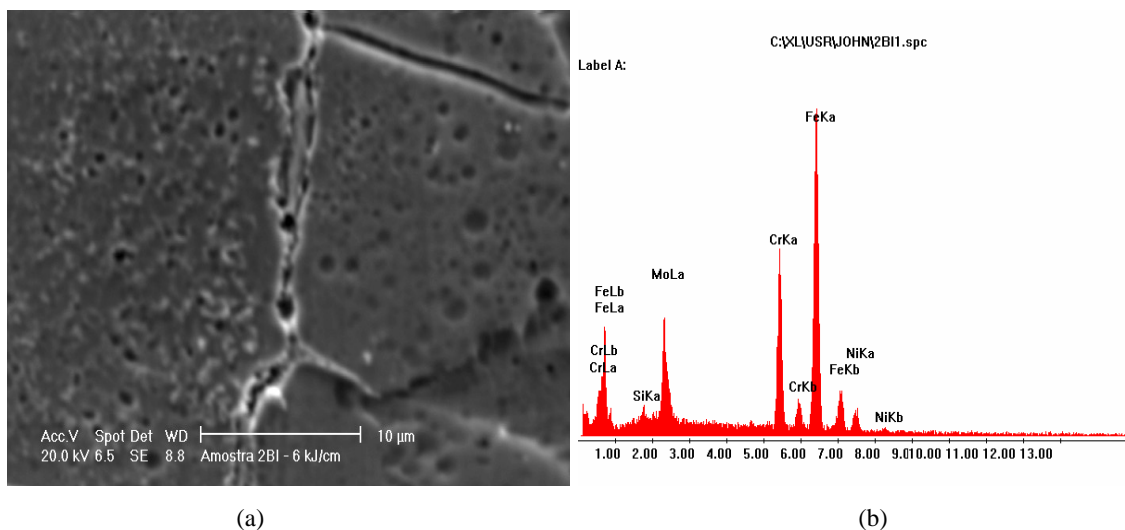


FIGURA 47 - Em (a) micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando uma notória precipitação no MS da amostra 2BI e em (b) EDS mostrando a alta concentração de molibdênio no contorno de grão ferrítico. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.

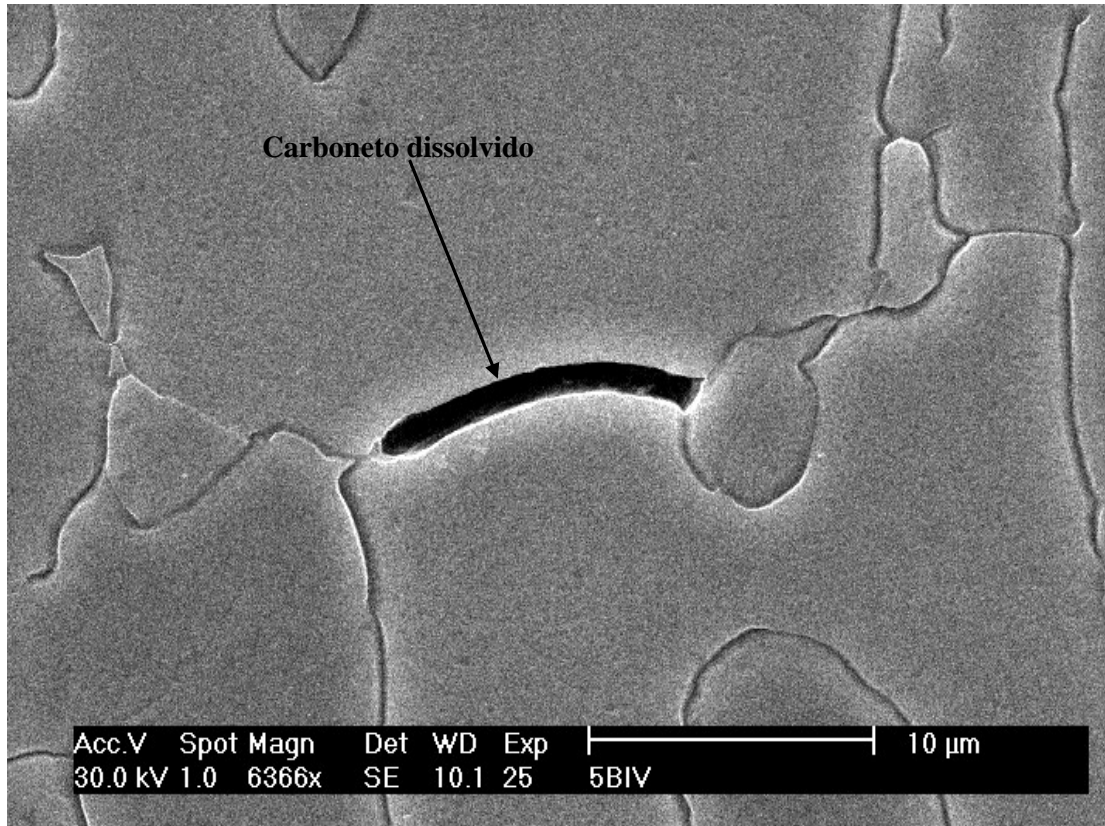


FIGURA 48 - Micrografia obtida via MEV por elétrons secundários mostrando a precipitação de carbonetos no contorno de grão ferrítico na zona de ligação da amostra 5BIV. Ataque eletrolítico feito com ácido oxálico 10%.

5 CONCLUSÕES

Baseado no material e nas técnicas empregadas é possível concluir que:

- A utilização das quatro técnicas de quantificação da fração volumétrica de ferrita foi possível e revelou, principalmente, para o metal de solda a mesma tendência de queda com a energia de soldagem;
- Em relação a posição da amostra ao longo do comprimento do cordão de solda, não houve variação da quantidade de ferrita;
- A largura do corpo de prova teve efeito bem mais pronunciado na quantidade de ferrita que o meio de resfriamento pós-soldagem;
- A quantificação da ZAC por difração de raios X foi fortemente influenciada pela usinagem das amostras;
- A quantificação da ZAC por análise magnética foi fortemente influenciada pelas dimensões das amostras (discos de 3 mm de diâmetro);
- Com base nas médias de dureza, pode-se dizer que não houve variação com a energia de soldagem. O mesmo aconteceu quando se analisou a dureza em função da posição da amostra ao longo do comprimento do cordão de solda.
- Com base nos perfis de microdureza ao longo de uma linha vertical, as condições 2 e 3 referentes as energias mais baixas (4 e 6 kJ/cm) apresentaram, além dos maiores valores de dureza, as quedas mais bruscas .
- Os ensaios de PERC revelaram que a resistência à corrosão intergranular não foi afetada para a faixa de energias de soldagem estudadas;
- A técnica de difração de raios X forneceu indícios da precipitação de compostos intermetálicos em todas as amostras realizadas. Esta precipitação foi mais intensa para as condições de menor energia de soldagem (4, 6 e 9 kJ/cm) e menos intensa para as de maior energia (12 e 18 kJ/cm);
- Os picos de dureza ocorridos nas condições de menor energia talvez explique a detecção, via difração de raios X, de praticamente todos os precipitados pesquisados para as amostras referentes a estas condições;
- O aumento da energia de soldagem praticamente fez sumir a precipitação de nitretos de cromo no interior do grão ferrítico tanto do MS quanto da ZAC. Talvez isso explique a quase total isenção de nitretos para as amostras referentes as maiores energias de soldagem;

- Foi possível via análise feita por EDS a identificação de precipitados ricos em cromo e molibdênio na amostra 2BI (6 kJ/cm), indicando coerência com as fases detectadas por difração de raios X;
- Foi possível via MEV a observação de alguns precipitados como nitretos de cromo, carbonetos e precipitados ricos em cromo e molibdênio.
- De acordo com os resultados, a soldagem do AID UNS S31803, nas condições descritas no trabalho, deve ser feita com valores de energia maiores (a partir de 18kJ/cm), pois assim, além se produzir uma junta mais balanceada, tem-se também uma supressão na precipitação de compostos intermetálicos.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realização do mesmo estudo em aços inoxidáveis superduplex;
- Realização do mesmo estudo para soldagens multipasses;
- Estudar a influência do tipo de transferência metálica sobre a microestrutura, enfocando balanço de fases e precipitação de compostos intermetálicos;
- Utilização de técnicas de quantificação de precipitados;
- Realizar a caracterização mais detalhada dos precipitados;
- Realização de outros ensaios mecânicos, como tenacidade, e resistência à corrosão, como pites.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ¹ ASM SPECIALTY HANDBOOK – **Stainless Steels**. Third Edition, 1994.
- ² SOLOMON, H. D.; DEVINE, T. M. A tale of two phases. In: Conference Duplex Stainless Steels'82, St. Louis- USA, 1992. **Proceedings**. Ohio, American Society of Metals, 1983, p. 693-756.
- ³ CHARLES, J. Super duplex stainless steels: Structure of properties. In: Conference Duplex Stainless Steels'91. **Proceedings**. France, 1991 v. 1, p. 3-48.
- ⁴ NILSON, J. O. **Super duplex stainless steels**. Materials Science of Technology. v. 8, n. 8, p. 685-700. 1992.
- ⁵ SCHLAPFER, H. W.; WEBER, J. **Austenitic-ferritic duplex steels – alloy design, properties, application**. Sulzer Pump Division Tech. Review, Winterthur, Sulzer Brothers Limited. 1986.
- ⁶ MAGNABOSCO, R.; DONATO, G. H. B.; GERZELY, R. D. P.; Change in volumetric fraction of ferrite and sigma phases after isothermal aging between 700°C and 900°C of UNS S31803 (SAF 2205) duplex stainless steels. In: 17th International Congress of Mechanical Engineering São Paulo-Brazil, 2003. **Proceedings**. Brazil, 2003.
- ⁷ ROBERT, N. G. **Duplex stainless steels microstructure, properties and application**. Abington Publish, Cambridge, 1997, p. 175-186.
- ⁸ FRUYTIER, D. J. A. In: Conference Duplex Stainless Steels'91, Beaune Bourcogne-France, 1991. **Proceedings**. France, 1991. p. 497-509.
- ⁹ NOBLE, D. L. **Selection of wrought duplex stainless steels**. In: Welding, brazing and soldering. ASM Handbook 10^a edition, v.6, ASM International, USA, p. 471-481, 1993.
- ¹⁰ LARSON, B.; LUNDQVIST, B. **Fabricating ferritic-Austenitic duplex steels**. Sandvik steel trade literature, Pamphlet S-51-33 ENG, Oct 1987.

- ¹¹ NASSAU, L.;V. MEELKER, H.; HILKES, J. **Welding duplex and super-duplex stainless steels –A guide for industry**. Document 01463, Lincoln Norweld, July 1992.
- ¹² KIVINEVA, E. I., HANNERZ, N. E. In: Conference duplex stainless steel'94. **Proceedings**. Glasgow-Scotland, 1994. v. 2, paper 7, p. 13-16, November 1994.
- ¹³ ATAMERT, S., KING, J. E. **Elemental partitioning and microstructural development in duplex stainless steel weld metal**. Acta metallurgical et materialia. v. 39, n. 3, p. 273-285, 1991.
- ¹⁴ LIOU, H. Y.; HSIEH, R. I. TSAI, W. T. **Microstructure and pitting corrosion in simulated heat-affected zones of duplex stainless steels**. Materials Chemistry and Physics. v. 74, p. 33-42, 2002.
- ¹⁵ MIURA, M.; KUDO, T.; TSUGE, H.; KOSO, M.; KOBAYASHI, T. Effect of chemistry composition on microstructure, mechanical and corrosion properties of duplex stainless steels weldment. In: Conference duplex stainless steel'86. **Proceedings**. The Hague, p. 319-325, 1986.
- ¹⁶ FOCT, J.; MAGNIN, T.; PERROT, P. VOGT, J. B. Nitrogen alloying of duplex stainless steels. In: Conference duplex stainless steel'91, France, 1991. **Proceedings**. France, p. 49-65, 1991.
- ¹⁷ BERNHARDSSON, S. The corrosion resistance of duplex stainless steels. In: Conference duplex stainless steel'91, France, 1991. **Proceedings**. France, p. 257-281, 1991.
- ¹⁸ LOREZ, K. MEDAWAR, G. **Über das corrosionsverhalten austenitischer chrom-nickel-stahle mit und ohne stickstoffzusatz unter besondere berucksichtigung ihrer beanspruchbarkeit in chloridhaltigen losungen**. Thyssenforschung. v 1, p. 97-108, 1969.
- ¹⁹ MIURA, M.; KOSO, M.; KUDO, T.; TSUGE, H. Weld. Int. v. 4, n. 3, p.200, 1990.

- ²⁰ PARDO, A.; OTERO, E.; HERNAEZ, J. **Influence of microstructure on the intergranular resistance of 24.4 Cr/7.4 Ni duplex stainless steel.** Materials of characterization. v. 26, p. 149-153, 1991.
- ²¹ GIRALDO, C. P., S. **Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex.** São Paulo, 2001. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- ²² ROUBY, M. BLANCHARD, P. **Physical and mechanical properties of stainless steels.** Stainless steels, les éditions de physique, 1993, p 111-158.
- ²³ FRUYTIER, D. **Industrial experience with duplex stainless steel.** *Stainless Steel Eur.*, v. 3, n 13, 1991. 1991.
- ²⁴ WALLEN, B.; HENRIKSON, S. Effect of chlorination on stainless steels in seawater. In: Corrosion'86. **Proceedings.** Nation association corrosion engineers, paper 403, 1986.
- ²⁵ HARSTON, J.; HUTCHINS, E.; SWEENEY, S. The development and construction of duplex stainless steel pipeline for use offshore in southern north sea. In: 3rd Int. conf. welding and performance of pipelines. **Proceedings.** The welding institute, 1986.
- ²⁶ MUTHUPANDI, V., SRINIVASAN, P. B., SESHADRI, S. K., SUNDARESAN, S. **Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds.** Materials Science & Engineering, v. 358, p. 9-16, 2003.
- ²⁷ GOOCH, T. G.; Corrosion resistance of welds in duplex stainless steels. In: Conference duplex stainless steel'83. **Proceedings.** American Society of Metals, 1983, p. 325-346, 1983.
- ²⁸ HERTZMAN, S.; FERREIRA, P. J.; BROLUND, B. Metall. Trans. A. v. 28, p. 277, 1997.
- ²⁹ HOFFMEISTER, H.; PROF, D.; LOTHONGHUM, G. In: GOOCH, T. G., Conference duplex stainless steel'94. **Proceedings.** Glasgow, 1994, paper 55.

- ³⁰ OGAWA, T.; KOMIZU, Y.; MIURA, M. **Investigation of applicability of arc welding processes to duplex stainless steel offshore linepipe.** IIW doc., IIX 1461-87, 1987.
- ³¹ JONSSON, O.; LILJAS, M; STEVALL, P. The role of nitrogen in longitudinal welding of tubing in duplex stainless steels. In: Conference duplex stainless steel'83. **Proceedings.** American Society of Metals, 1983, p. 461-468, 1983.
- ³² GRONG; OYSTEIN. **Metallurgical modeling of welding.** The Institute of Materials, London, 1994.
- ³³ HILKS, J.; BEKKERS; KAREL. **Welding duplex stainless steels.** Welding Journal. v. 74, n. 11, p. 51-54, 1995.
- ³⁴ LIPOLLD, J. C.; VAROL, I.; BAESLACK V. A. In: Conference duplex stainless steel'91, France, 1991. **Proceedings.** France, p.383, 1991.
- ³⁵ FELDSTEIN, J.; LAKE, F. **A new constitution diagram for predicting ferrite content of stainless steel weld metals.** Materials and design. v. 14, n. 6, p. 345-348, 1993.
- ³⁶ HERTZMAN, S.; ROBERTS, W.; LINDENMO, M. Microstructure and properties of nitrogen alloyed duplex stainless steel after welding treatments. In: International Congress, duplex stainless steel. **Proceedings.** Netherlands, 1986, p. 257-267, 1986.
- ³⁷ CHEN, T. H.; YANG, J. R. **Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel.** Materials Science and Engineering. v. A338, p. 166-181, 2002.
- ³⁸ HWANG, K. H.; WAN, C. M.; BYRNE, J. G. Materials Science and Engineering. v. A132, p. 161-169, 1991.
- ³⁹ AAROSON, H. I. **The proeutectoid ferrite and the proeutectoid cementite reactions.** In: **Symposium decomposition of austenite by diffusion processes.** Philadelphia-USA, 1960. Proceedings. Easton-USA, American institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Eng., 1962, p. 387-546.

- ⁴⁰ LILJAS, M. The welding metallurgy of duplex stainless steels. In: Conference Duplex Stainless Steels'94, Glasgow-Scotland, 1994. **Proceedings**. England, TWI, 1994, paper KV.
- ⁴¹ RAMIREZ-LONDÑO, A. J. **Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex**. São Paulo, 1997. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- ⁴² LINDBLOM, B. E. S.; LUNDQUIST, B.; HANNERZ, N. E. Scand. J. Metall. v. 20, p. 305, 1991.
- ⁴³ DAVISON, R. M.; REDMOND, J. D. Mat. Select. Des. v. 11, p. 57, 1990.
- ⁴⁴ VAROL, I. **Microstructure/property Relationships in the weld heat affected zone of duplex stainless steels**. Columbus-Ohio, 1992, p. 261. Dissertation (Doctorate) – Department of welding engineering, The ohio state university.
- ⁴⁵ GUNN, R. N. **Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications**. Abington Publishing, Cambridge, England, 1997.
- ⁴⁶ FOLKHARD, E. **Welding metalurgy of stailless steels**. Springer-verlag wien, New York, 1988.
- ⁴⁷ NASSAU, V. L. Weld. Wold. v. 20, p. 23-30, 1982.
- ⁴⁸ JOSEFSSON, B.; NILSSON, J. O.; WILSON, A. Phase transformations in duplex steels and the relation between continuos cooling and the isothermal heat treatment. In: Conference duplex stainless steels'91, Beaune Bourcogne-France, 1991. **Proceedings**. France, p.67-78, 1991.
- ⁴⁹ MAEHARA, Y.; KOIKE, M.; FUJINO, N.; KUNITAKE, T. **Precipitation of σ phase in 25Cr-7Ni-3Mo duplex phase stainless steel**. Transactions ISIJ. v. 23, p. 240-246, 1983.

- ⁵⁰ MARCINKOWSKI, M. J.; MILLER, D. S. **A study of defect sub-structures in the Fe-Cr sigma phase by means of transmission electron microscopy.** Philosophical magazine. v. 7, June, p. 1025-1059, 1962.
- ⁵¹ ROSCOE, C. V.; GRADWELL, K. J.; LORIMER, G.W. Structure/properties relationships in a series of duplex stainless steels. In: Stainless steels '84. **Proceedings.** Goteborg, 1984, p. 563-77.
- ⁵² BLENKINSOP, P. A.; NUTTING, J. **Precipitation of the sigma phase in an austenitic steel.** **Journal of the iron and steel institute.** v. 205, n. 9, p. 953-58, 1967.
- ⁵³ BARBOSA, C. A. et al. **Formação de fase sigma em aço inoxidável austenítico-ferrítico.** Metalurgia & Materiais, v. 32, n.227, p. 669-73, 1976.
- ⁵⁴ RAVINDRANTH, K.; MALHOTRA, S. N. **The influence of aging on the intergranular corrosion of 22 chromium-5 nickel duplex stainless steel.** Corrosion Science, v. 37, n. 1, p 121-32, 1995.
- ⁵⁵ BRANDI, S. **Estudo da soldabilidade do aço inoxidável duplex DIN W. Nr. 1.4462 (UNSS31803).** São Paulo, 1992, p. 265. Tese (Doutorado) – Departamento de Eng. Metalúrgica, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- ⁵⁶ STICKLER, R.; VINCKIER, A. **Morphology of grain-boundary carbides and its influence on intergranular corrosion of 304 stainless steel.** Trans. ASM. v. 54, p. 362-380, 1961.
- ⁵⁷ POHL, M. Microstructure and properties of duplex stainless steels – state of the art. In: 49^o Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais. São Paulo, 1994. **Anais.** São Paulo, ABM, p. 301-16, 1995.
- ⁵⁸ ATKINSON, R. F.; KING, R. W. **The properties and applications of two cast duplex stainless steel.** In: Duplex Stainless Steel Conference, ASM, ed.: Lula, R., EUA, p. 399-414, 1983.

- ⁵⁹ KEWON, S. R.; PICKERING, F. B. Niobium in stainless steels. In: Niobium International Symposium, San Francisco, nov8-11, 1981. **Proceedings**. Warrendale, The Metallurgical Society of AIME, p. 1133-1141, 1982.
- ⁶⁰ CHRISTIANUS, D. Effect of secondary metallurgy on corrosion behavior of cast duplex stainless steel. In: Duplex Stainless Steel'91, ed. Physique, ed.: CHARLES, J.; BERNHARDSON, S. **Proceedings**. France, p. 1353-1361, 1991.
- ⁶¹ SHINOZAKI, K.; KE, L.; NORTH, T. H. **Hydrogen cracking in duplex stainless steel weld metal**. Welding Journal, v. 7, n.11, p. 387-96, 1992.
- ⁶² MORI, T.; KONDO, K.; IGARASHI, M.; MURATA, I.; HORIUCHI, K. Effects of alloying elements on sigma-related phase precipitation in superduplex stainless steels. In: Duplex, stainless steels'97. Netherlands, 1997. **Proceedings**. Netherlands, 1997, p. 915-22.
- ⁶³ LILJAS, M.; QVARFORT, R. Influence of nitrogen on weldments in UNS s 31803. In: Duplex, stainless steels '86. **Proceedings**. The Hague, p. 244-56, 1986.
- ⁶⁴ LEE, H.; YOO, H.; LEE, H.M. **Effect of tungsten additions on simulated heat zone toughness in 25%Cr base super duplex stainless steels**. Materials science and technology. v. 14, n. 1, p. 54-60, 1998.
- ⁶⁵ LEE, Y. H.; KIM, Y. D.; LEE, Y. D.; KIM, K. Y. **Effects of W substitution on σ and χ precipitation and toughness in duplex stainless steels**. Materials science and technology. v. 14, n. 8, p. 757-764, 1998.
- ⁶⁶ CHARLES, J. Super duplex stainless steels: structure and properties. In: Duplex Stainless Steel'91, ed. Physique, ed.: CHARLES, J. BERNHARDSON, S. **Proceedings**. France, p. 3-48, 1991.
- ⁶⁷ VOORT, G. F. V. **Metallography principles and practice**. ASM International, ed. 2nd edition, 2000.

- ⁶⁸ CULLITY B. D. **Elements of X-ray Diffraction**. Addison-Wesley Publishing Company; 1956.
- ⁶⁹ MIRANDA, M. A. R.; SASAKI, J. M.; TAVARES, S. S. M.; ABREU, H. F. G.; NETO, J.M. **The use of X-ray diffraction, microscopy and magnetic measurements for analyzing microstructural features of duplex stainless steel**. Materials characterization. v.54, p. 387-393, 2005.
- ⁷⁰ LUNDQVIST, B.; NORBERG, P. **Weldability aspects and weld joint properties of duplex stainless steels**. Welding journal. v.67, n. 7, p. 45-51.
- ⁷¹ HERCULANO, L. F. G. **Desenvolvimento de uma metodologia de ensaio eletroquímico não destrutivo para a avaliação da sensitização nos aços inoxidáveis austeníticos**. Fortaleza, 2004. Dissertação (mestrado)-Universidade Federal do Ceará.
- ⁷² RAMIREZ, A. J. R. **Precipitação de fases secundárias e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex**. São Paulo, 2001. Tese (doutorado). Escola Politécnica- Universidade de São Paulo.
- ⁷³ ATAMERT, S.; KING, J. E. **Super duplex stainless steel. Part I. heat affected zone microstructure**. Materials Science and Technology. v. 8, n° 10, p. 896-911, 1992.
- ⁷⁴ JANA, S. **Effect of heat input on HAZ properties of two duplex stainless steels**. Journal of Materials Processing Technology. v. 33, p. 247-261, 1992.
- ⁷⁵ HOVART, W.; PRANTL, W.; WERNMER, E.; STÜWE, H. P. **Influence of thermal cycling on the microstructure of a ferritic-austenitic duplex stainless steels**. Materials characterization. v. 34, n. 4, p. 277-285, 1995.
- ⁷⁶ MAJIDI, A. P.; STREICHER, M. A. **Four Nondestructive Electrochemical tests for detecting sensitization in type 304 and 304L Stainless Steels**. Nuclear Technology. v. 75. 1986.

- ⁷⁷ ASTM A 262 93. **Standard practices for detecting susceptibility to intergranular attack in austenitic stainless steel.** ASTM, Philadelphia, PA, USA, 1994.
- ⁷⁸ SILVA, C. C.; MACHADO, J. P. S.; SANT'ANA, H. B.; FARIAS, J. P. **Estudo da sensitização causada pelo ciclo térmico de soldagem no aço inoxidável superferrítico AISI 444.** Trabalho a provado no 3º Congresso brasileiro de P&D em petróleo e gás. Bahia-Brasil, 2005.
- ⁷⁹ LUNDQVIST, B.; NORBERG, P.; OLSSON, K. Influence of different welding conditions on properties and corrosion resistant of Sandvik 2205 (UNS S31803). In: Conference duplex stainless steel'86, Netherlands, October 1986. **Proceedings.** Netherlands, paper 10, 1986.

APÊNDICE A - Difratoograma das medidas feitas na ZAC das amostras.

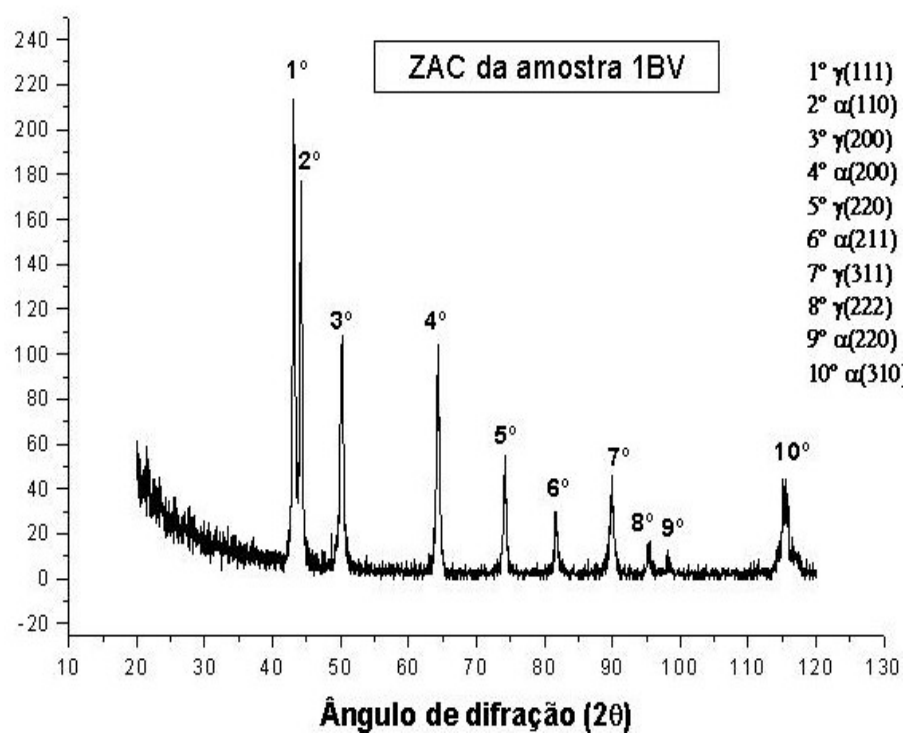


FIGURA 49 - Difratoograma da medida feita na ZAC da amostra 1BV.

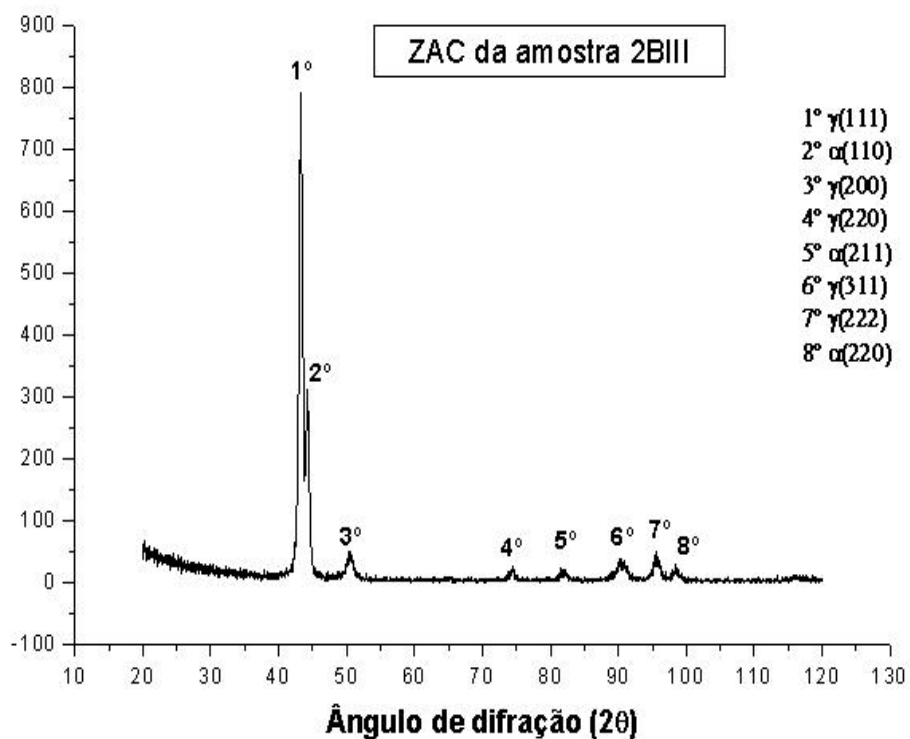


FIGURA 50 - Difratoograma da medida feita na ZAC da amostra 2BIII.

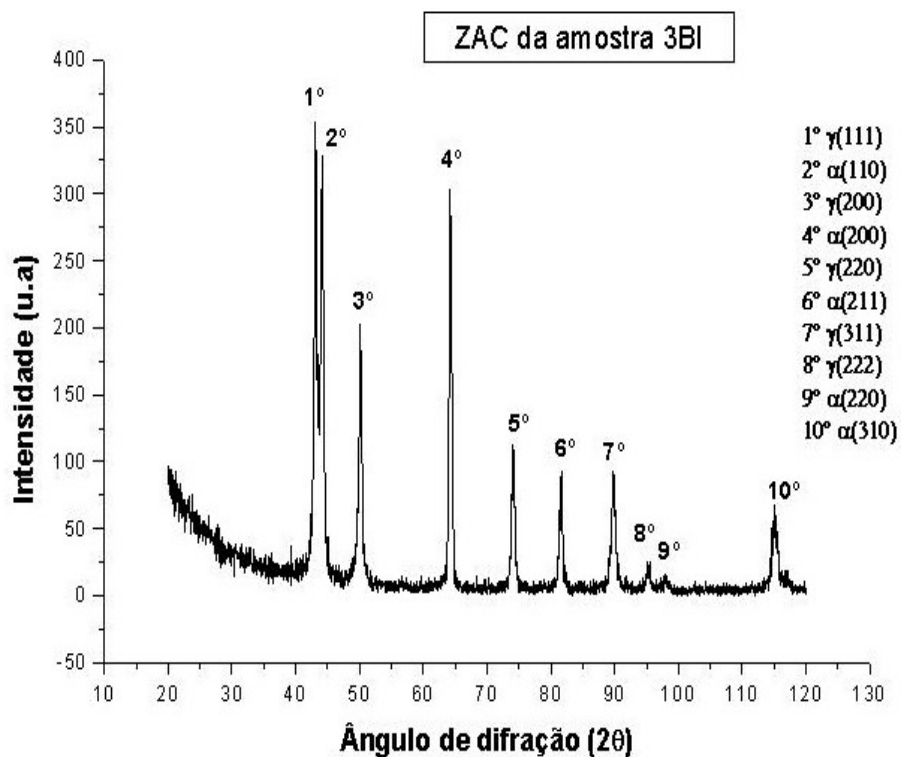


FIGURA 51 - Difratoograma da medida feita na ZAC da amostra 3BI.

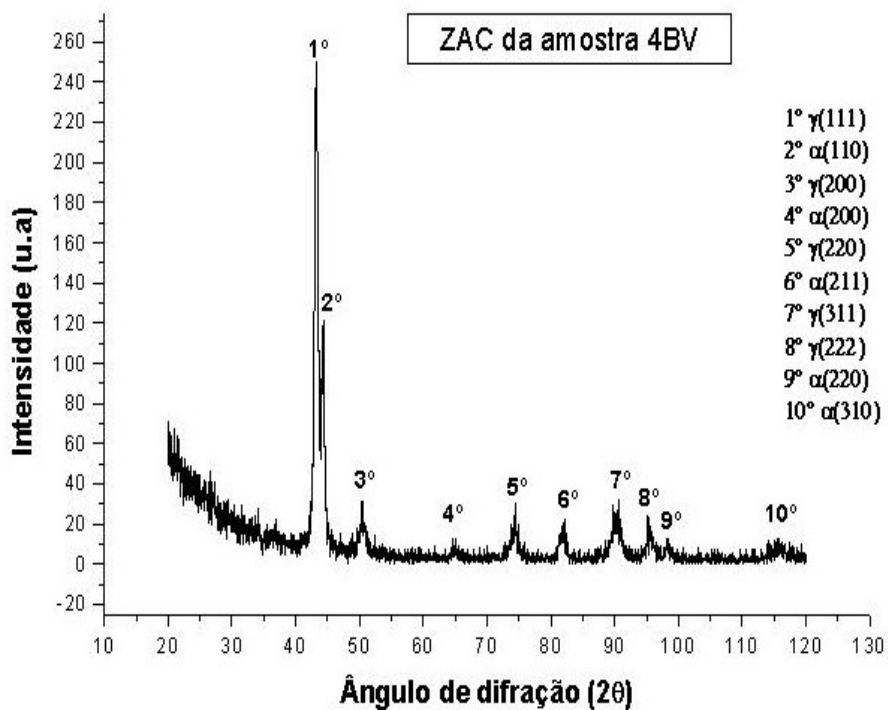


FIGURA 52 - Difratoograma da medida feita na ZAC da amostra 4BV.

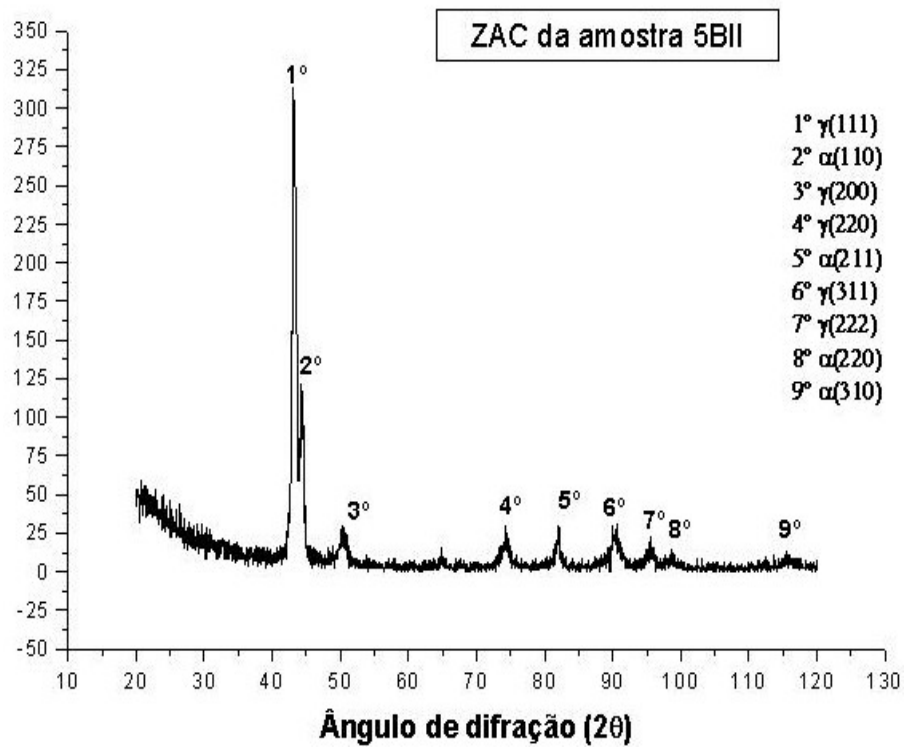
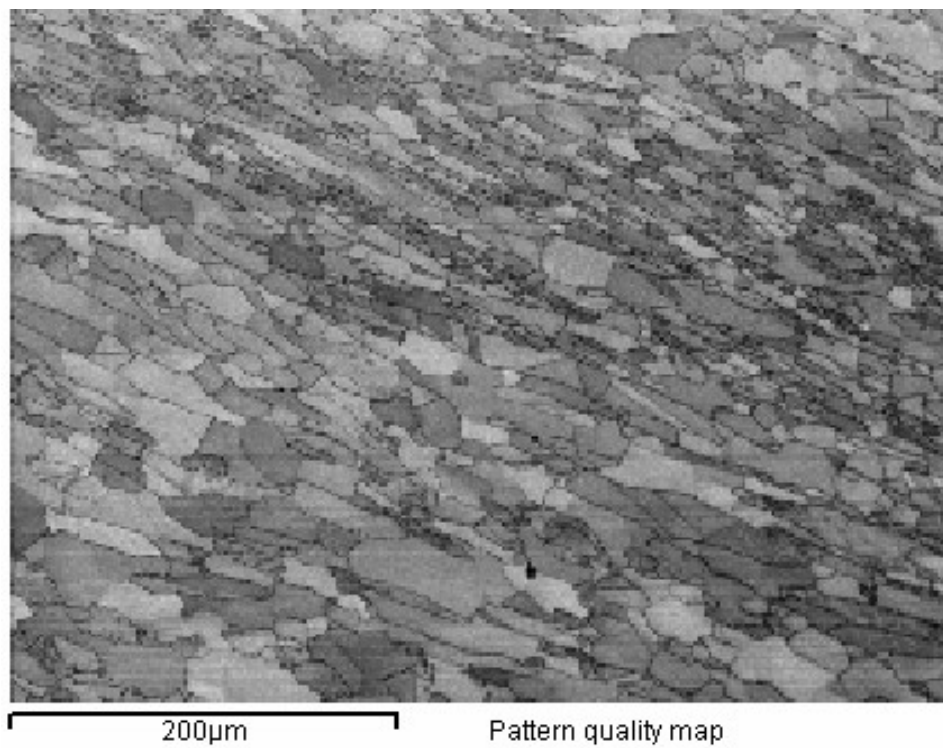
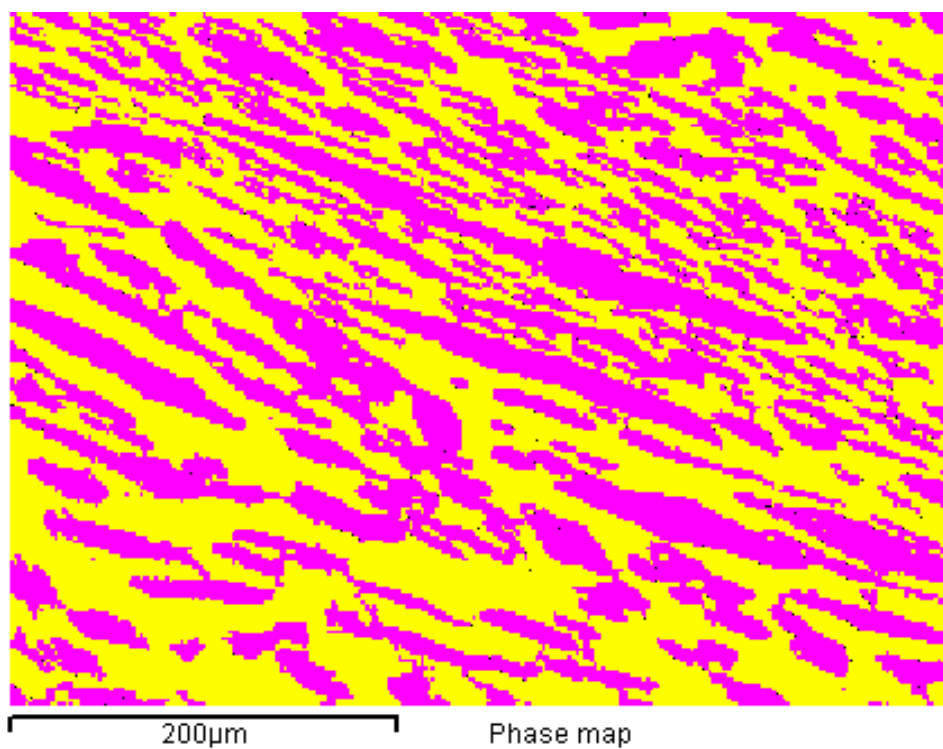


FIGURA 53 - Difratoograma da medida feita na ZAC da amostra 5BII.

APÊNDICE B - Medidas de EBSD feitas na ZAC das amostras.



(a)



(b)

FIGURA 54 - EBSD da ZAC da amostra 1BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.

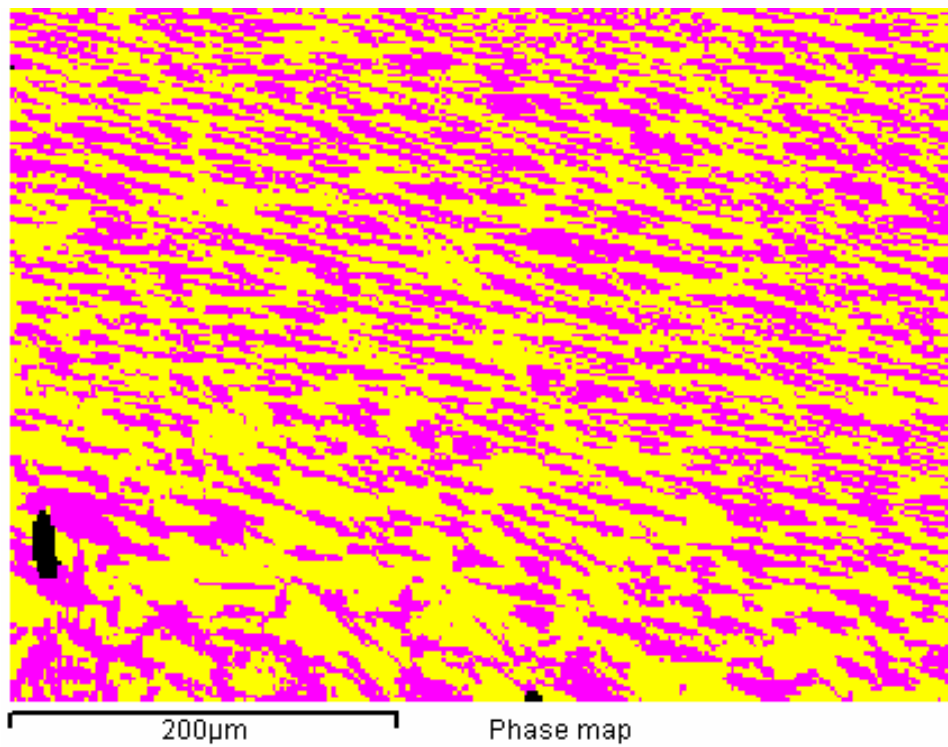
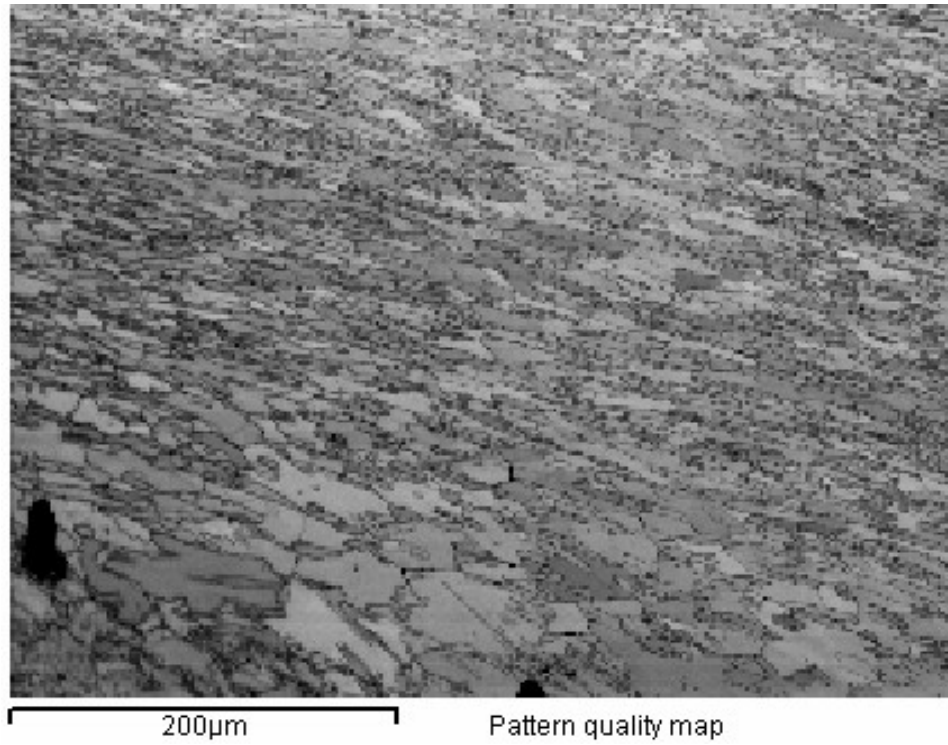
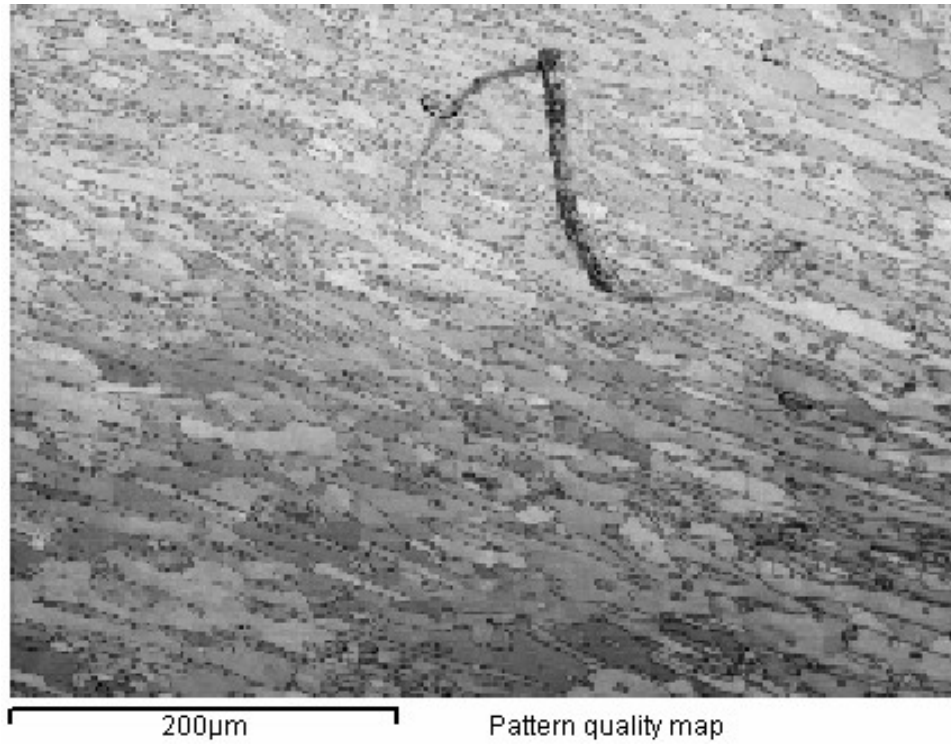
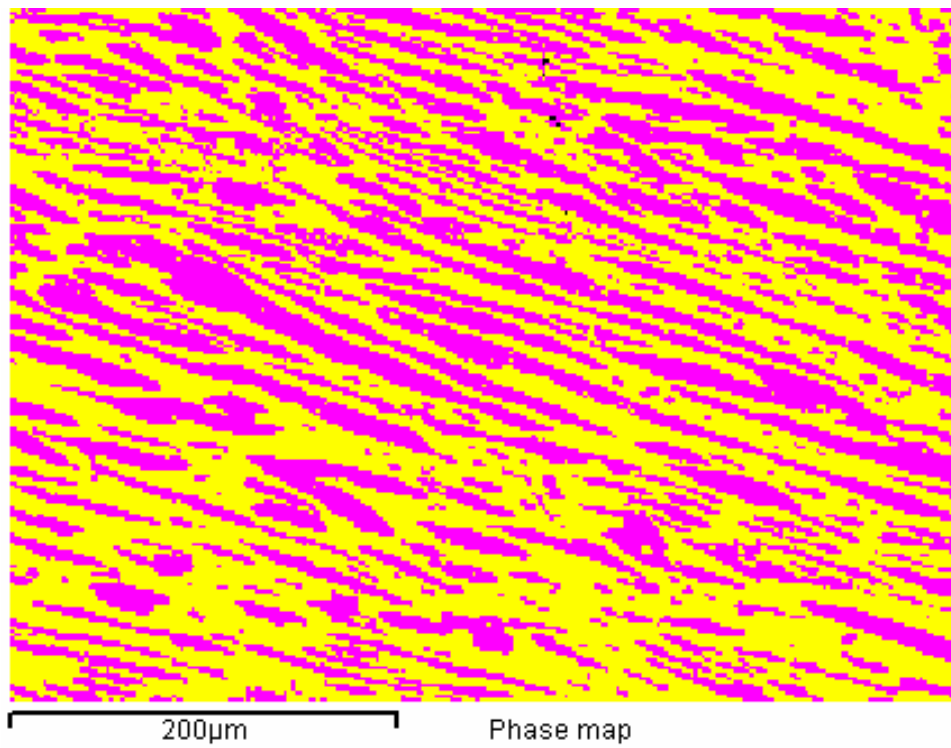


FIGURA 55 - EBSD da ZAC da amostra 2BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.

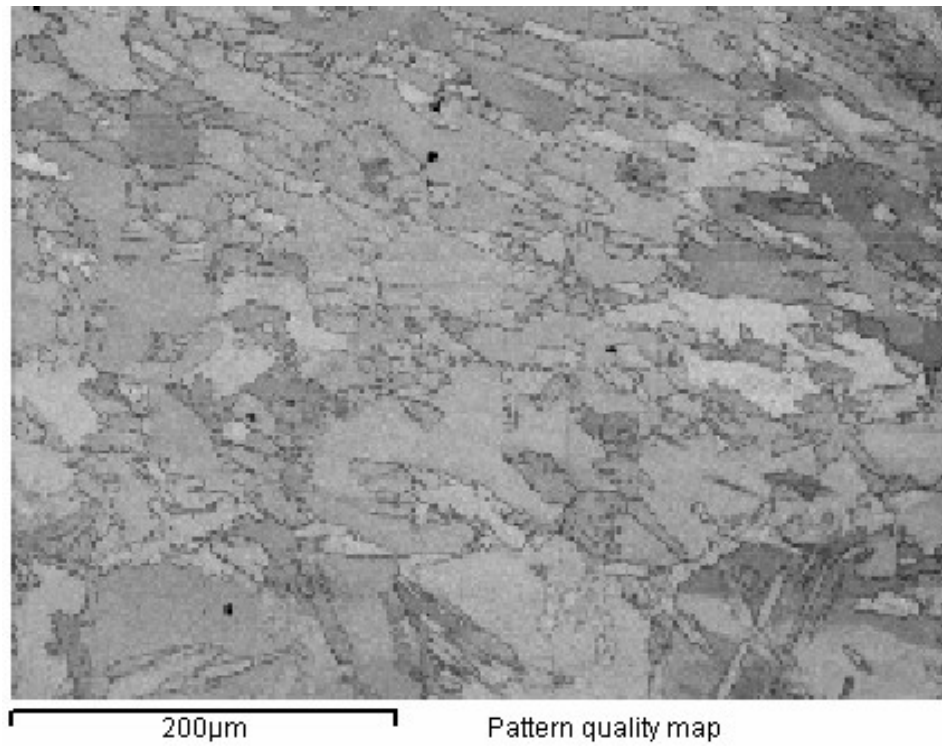


(a)

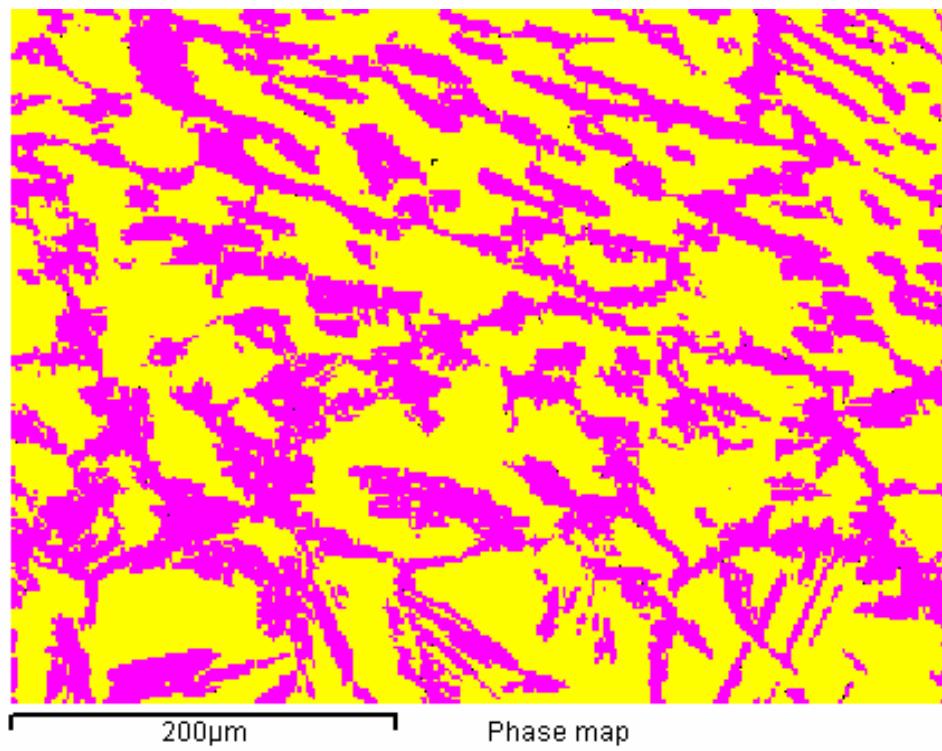


(b)

FIGURA 56 - EBSD da ZAC da amostra 3BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.

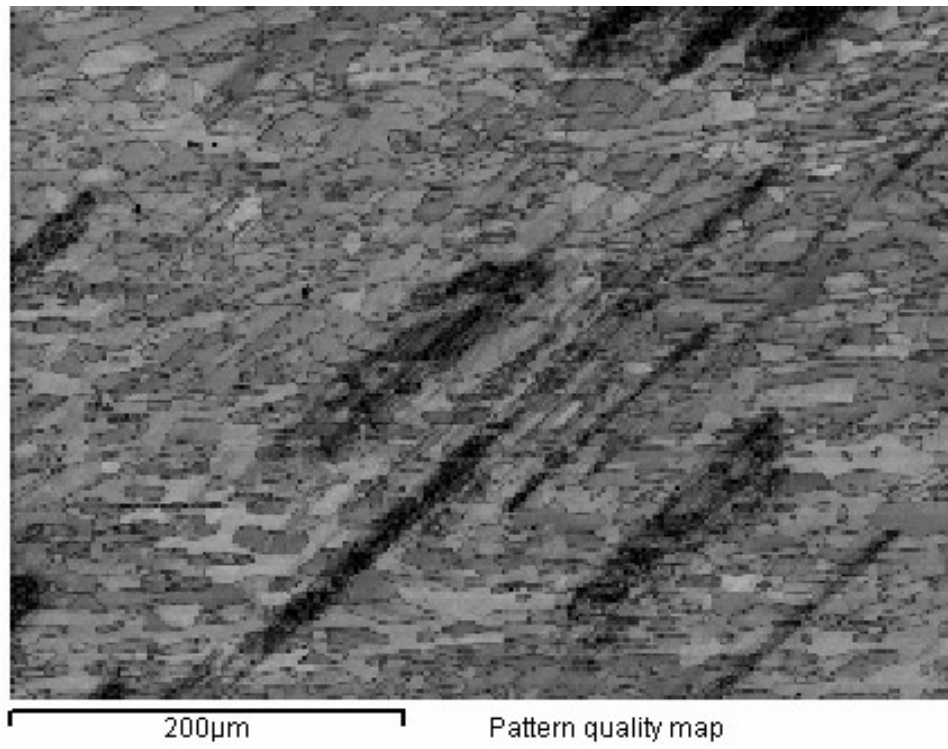


(a)

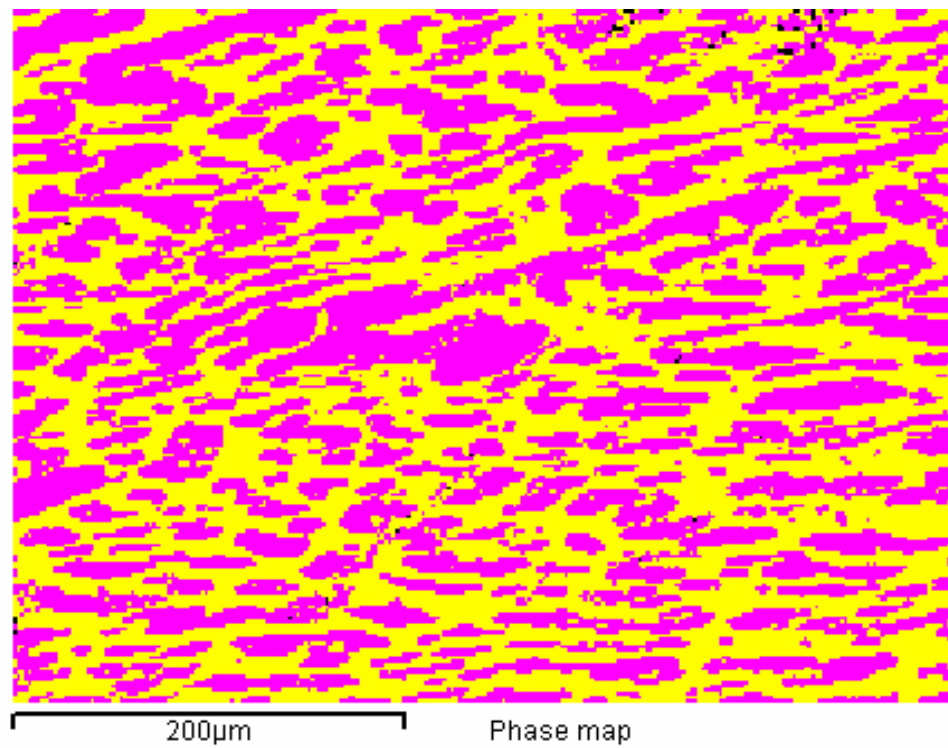


(b)

FIGURA 57 - EBSD da ZAC da amostra 4BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.



(a)



(b)

FIGURA 58 - EBSD da ZAC da amostra 5BIII. Em (a) Mapa de qualidade e em (b) mapa de fases.

APÊNDICE C - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda.

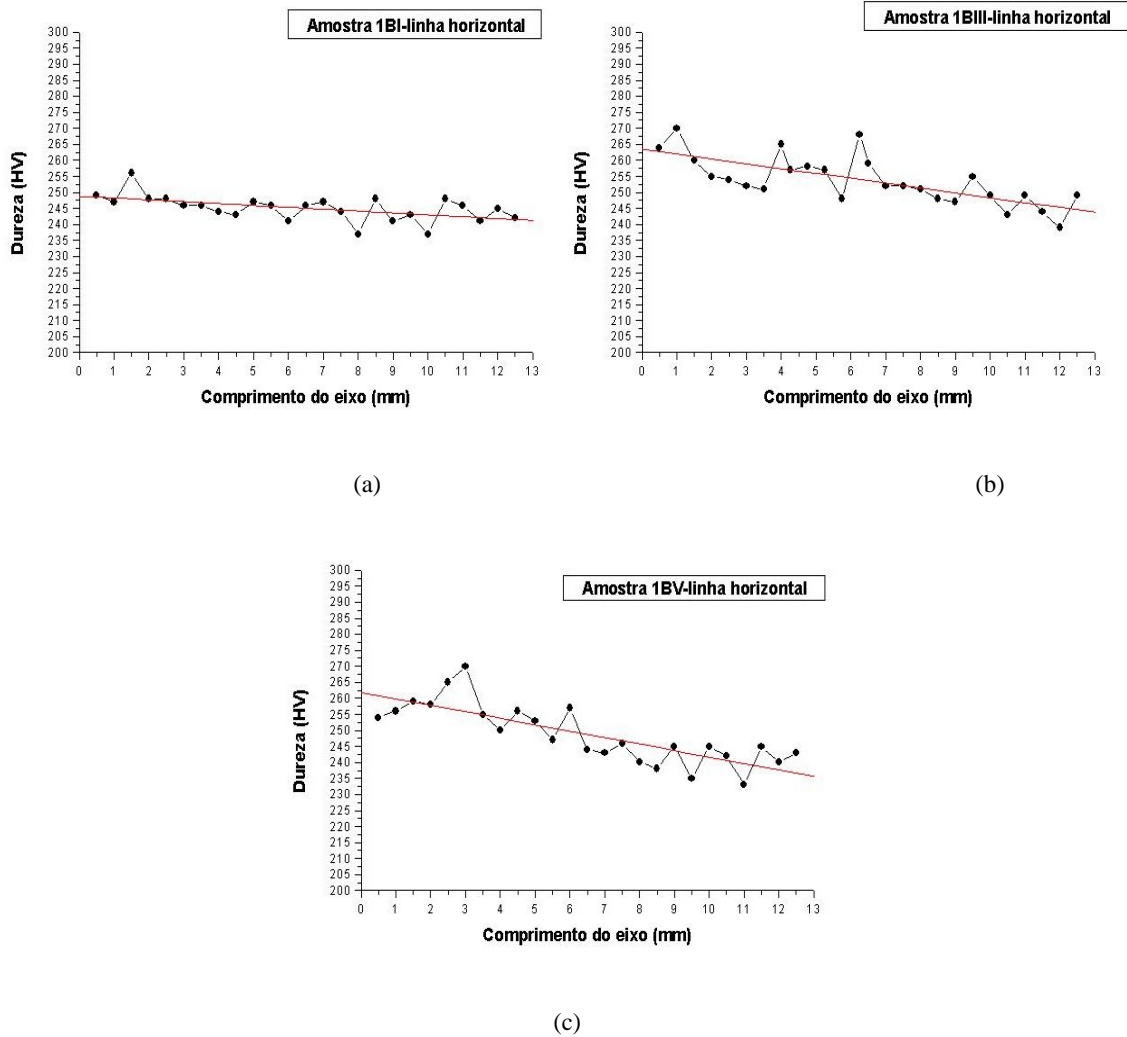
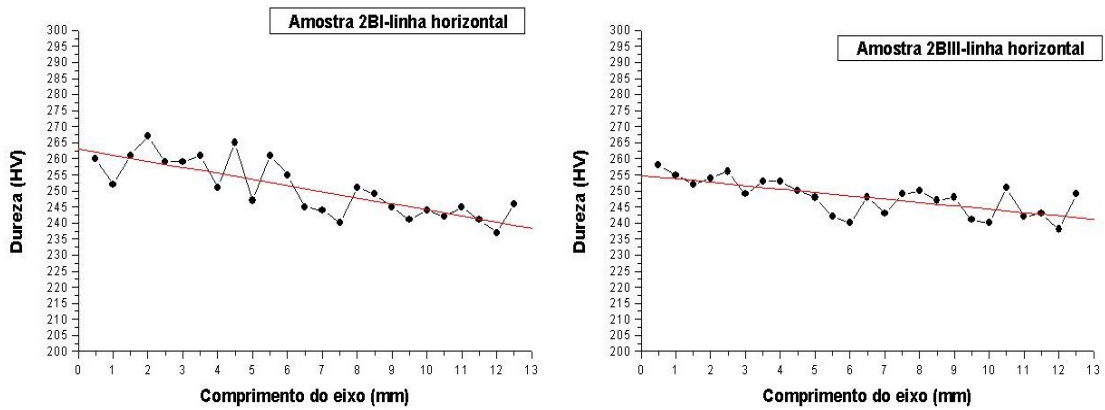
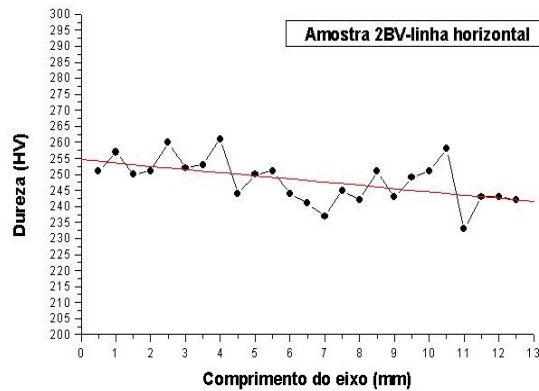


FIGURA 59 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 1BI, em (b) amostra 1BIII e em (c) amostra 1BV.



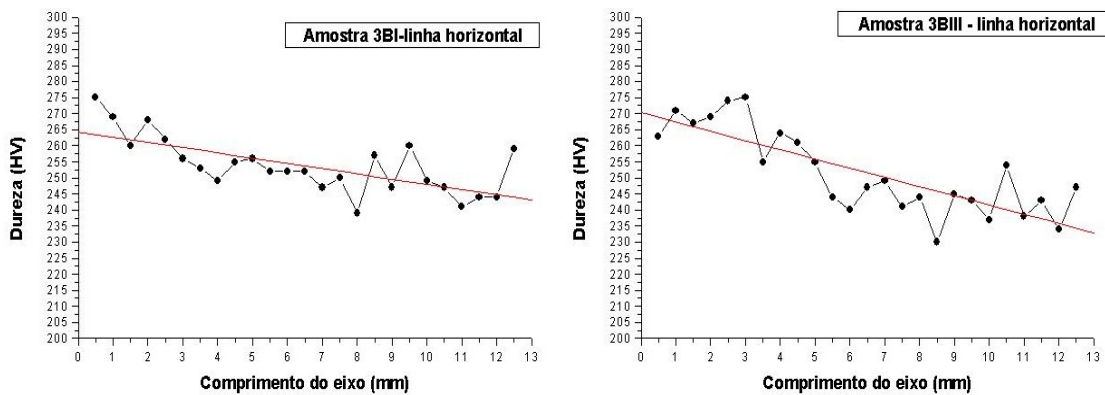
(a)

(b)



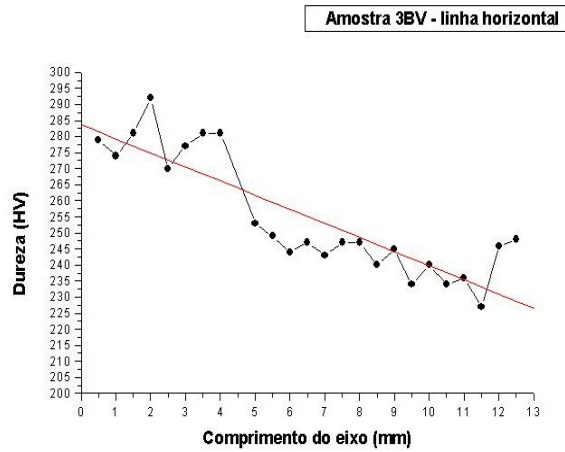
(c)

FIGURA 60 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 2BI, em (b) amostra 2BIII e em (c) amostra 2BV.



(a)

(b)



(c)

FIGURA 61 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 3BI, em (b) amostra 3BIII e em (c) amostra 3BV.

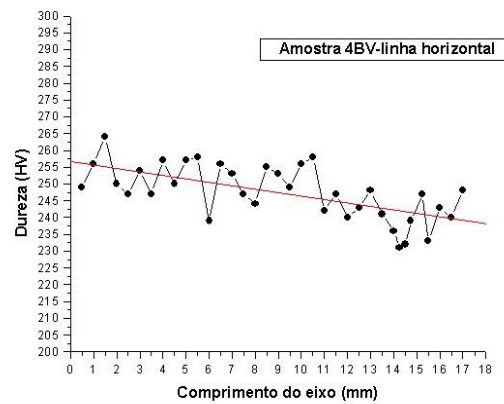
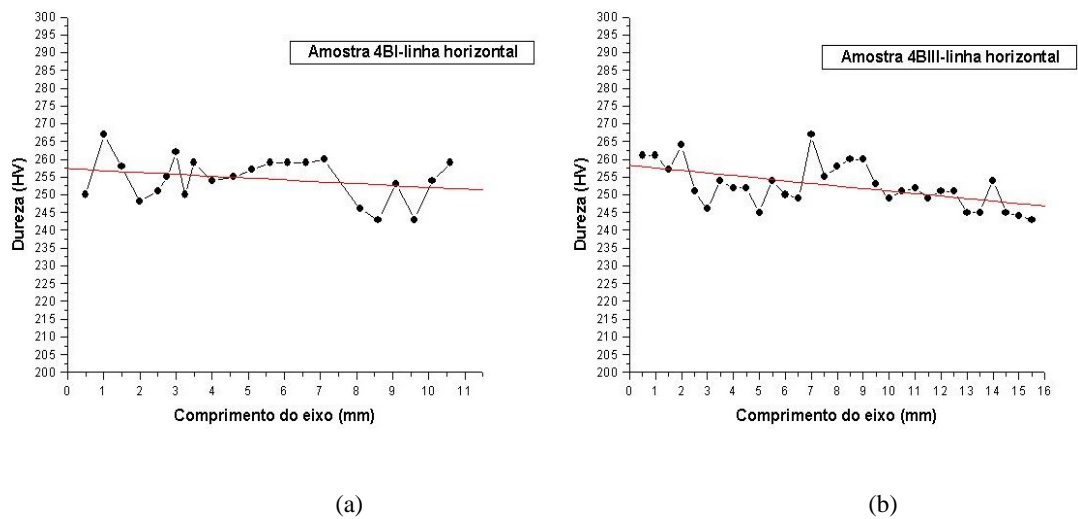
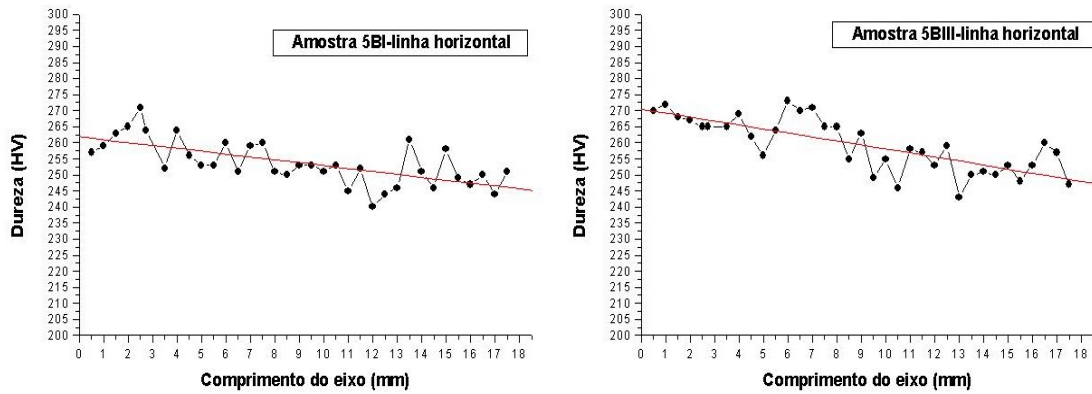
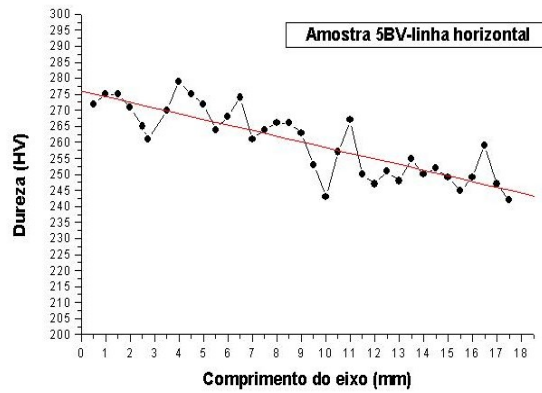


FIGURA 62 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 4BI, em (b) amostra 4BIII e em (c) amostra 4BV.



(a)

(b)



(c)

FIGURA 63 - Perfis de microdureza ao longo de uma linha horizontal na seção transversal da solda. Em (a) amostra 5BI, em (b) amostra 5BIII e em (c) amostra 5BV.

This document was created with Win2PDF available at <http://www.win2pdf.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.